



# Corrosion sous contrainte de l'Alliage 82 en vapeur d'eau hydrogénée à 400°C : influence de la microstructure et du comportement mécanique sur l'amorçage

Elizabeth Chaumun

## ► To cite this version:

Elizabeth Chaumun. Corrosion sous contrainte de l'Alliage 82 en vapeur d'eau hydrogénée à 400°C : influence de la microstructure et du comportement mécanique sur l'amorçage. Matériaux. Université Paris sciences et lettres, 2016. Français. NNT : 2016PSLEM005 . tel-01368281

**HAL Id: tel-01368281**

**<https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-01368281>**

Submitted on 19 Sep 2016

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# THÈSE DE DOCTORAT

de l'Université de recherche Paris Sciences et Lettres  
PSL Research University

Préparée à MINES ParisTech

Corrosion sous contrainte de l'Alliage 82 en vapeur d'eau hydrogénée  
à 400°C : influence de la microstructure et du comportement  
mécanique sur l'amorçage

**Ecole doctorale n°432 Sciences des Métiers de l'Ingénieur**

MINES ParisTech

**Spécialité** SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX

**Soutenue par Elizabeth CHAUMUN**  
**le 06 avril 2016**

Dirigée par **Jérôme CREPIN**  
Co-encadrée par **Catherine GUERRE,**  
**Eva HERIPRE, Mohamed SENNOUR**

## COMPOSITION DU JURY :

Mme. Christine BLANC  
INP-ENSIACET, Rapporteur

M. Krzysztof WOLSKI  
Ecole des Mines de Saint-Etienne,  
Rapporteur

Mme. Clotilde BERDIN  
Université Orsay, Président du jury

M. Jérôme CREPIN  
MINES ParisTech, Membre du jury

Mme. Isabelle AUBERT  
Université de Bordeaux, Membre du jury

M. Peter SCOTT  
Peter Scott Corrosion Consultant,  
Membre du jury

M. Ian DE CURIERES  
IRSN, Membre du jury

Mme. Catherine GUERRE  
CEA, Membre du jury



---

---

*A mon grand-père,  
« Je suis comme Saint-Thomas : je ne crois que ce que je vois. »*



---

---

# Remerciements

J'ai longtemps pensé à la rédaction de cette page mais sans vraiment savoir comment exprimer mes remerciements à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à ce travail de thèse qui est bien plus que cela pour moi. Il constitue une grande partie de mon périple qui a permis de nourrir ma curiosité scientifique avec de magnifiques machines et la rencontre de nombreuses personnes toutes aussi intéressantes les unes que les autres. Pour n'oublier personne dans mes citations, et je vous prie de m'en excuser si c'est le cas, je remercie les nombreux acteurs présents au Centre des Matériaux de MinesParistech à Evry, au Laboratoire d'Etude de la Corrosion Aqueuse du CEA de Saclay et du Laboratoire de Mécanique des Solides de l'Ecole polytechnique.

Je tiens à remercier d'abord les membres de mon jury qui étaient d'une brillante et exceptionnelle parité (5 hommes et 5 femmes). Je remercie Mme Clotilde Berdin d'avoir accepté d'être présidente du jury, Mme Christine Blanc et M. Krzysztof Wolski pour avoir rapporté mon manuscrit et Mme Isabelle Aubert et M. Peter Scott pour avoir également contribué à cette discussion scientifique. Je ne peux qu'exprimer ma gratitude à M. Ian de Curières qui a toujours suivi et encouragé avec joie ces travaux de thèse après avoir repris le flambeau de M. Marc Le Clavar que je remercie également.

Je remercie particulièrement mon directeur de thèse Jérôme Crépin qui malgré son emploi du temps de ministre arrive toujours à être à l'écoute et être présent quand on en a besoin. Je remercie Mohamed Sennour pour son encadrement et ses magnifiques images MET qui illustrent mon manuscrit. Sans oublier Cécilie Duhamel, qui bien que absente de mon encadrement officiel, était toujours bien présente aux réunions et de bons conseils.

Au sein du CEA de Saclay je remercie tout d'abord les chefs de laboratoire du LECA en activités pendant ces travaux : Jérôme Canel puis Stéphane Perrin. Je garderai cependant un souvenir impérissable de Catherine Guerre qui m'a suivi et fut toujours à mes côtés durant mon parcours au CEA de Saclay (Maman Catherine). Je me souviendrai toujours de la question que tu m'avais posé pendant mon entretien pour l'apprentissage d'école d'ingénieur par apprentissage et qui m'a conduit aujourd'hui à écrire ces lignes : « est-ce que tu envisages de faire une thèse ? » .... Merci

Je souhaite également remercier Eva Héripé, maintenant du MSSMat de CentraleSupélec, mais qui était du Laboratoire de Mécanique des Solides de l'Ecole Polytechnique pour avoir toujours été à mes côtés et m'avoir initié aux joies de la corrélation d'images numérique même si je me souviens en 2009 d'un jeudi froid et rempli de neige rendant difficile l'accès sur le plateau de Saclay j'avais vu pour la première fois les prémisses de CorrelManu avec Jérôme (Crépin). Et surtout pour l'aide précieuse sur la simulation numérique par éléments finis sur Z-set (Zébulon pour les intimes...). Je remercie également mes acolytes du LMS Alexandre Tanguy et Simon Hallais pour leur aide et leur disponibilité, et Daniel Caldemaison pour m'avoir initié à cette magnifique technique qu'est la lithographie électronique.

Nombreux sont ceux qui ont croisé ma route pendant ces années de travail sur « la corrosion sous contrainte des alliages à base de nickel soudés », mais je remercie les personnes qui ont pu m'aider pour dégager les pistes des paramètres responsables de la sensibilité des joints de grains en CSC : François Jomard du laboratoire GEMaC de l'Université de Versailles-Saint Quentin en Yvelines pour les analyses SIMS, Lynh-Thy TRAN-HOANG MINGAULT du centre des matériaux pour les analyses par microsonde Castaing. Je remercie également tous les thésards et ex-thésards que j'ai rencontré sur les trois sites d'étude avec tout de même une mention spéciale pour Marie (la dudu), Caitlin (qui est partie vers d'autres contrées), Cristian (Muchachos), Josiane (Josué 1:9). Je ne peux m'abstenir de nommer toutes les personnes

---

qui ont permis de faire de ces 6 ans passés au LECA une formidable expérience humaine et scientifique dans une bonne ambiance : Fret (merci pour les thés et les séances de psy), Matthias, Frantz, Christian, Julia, Quentin A., Brice, Philippe, Marie, Fred le Datch, Aurore (merci pour les acras !), Anne, Anitha, Vincent Amicel qui a su prendre soin de mes bébés éprouvettes (parti également vers d'autres contrées) et Mylène pour tout, tout simplement.

Après la famille scientifique qui fut présente dans le feu de l'action, je ne peux que remercier ma famille qui fut toujours à mes côtés en coulisse à me soutenir et m'encourager et en particulier mes parents qui m'ont toujours soutenu et conduit à ce que je suis aujourd'hui. Mais surtout, je ne peux pas oublier d'exprimer toute mon affection et ma gratitude à mon mari, Germain, pour m'avoir supporté toutes ces années et pendant la rédaction qui comme on le sait tous nous oblige à être une personne désagréable. Merci

## Sommaire

Introduction générale.....	1
Chapitre I Etude bibliographique de la Corrosion Sous Contrainte (CSC) des alliages à base de nickel .....	9
I.1 Généralités sur le comportement en CSC des alliages à base de nickel .....	9
I.1.1 La couche d'oxyde.....	9
I.1.2 Les similitudes et différences de comportement en CSC des alliages à base de nickel soudés et non soudés .....	11
I.2 Influence des paramètres « matériaux », environnement et mécanique sur le comportement en CSC des alliages à base de nickel soudés .....	16
I.2.1 Influence du matériau .....	16
I.2.1.1 Sens de prélèvement des éprouvettes.....	16
I.2.1.2 Composition chimique .....	19
I.2.1.3 Etat métallurgique.....	21
I.2.1.4 Nature des joints de grains .....	21
I.2.2 Influence de l'environnement .....	23
I.2.2.1 Influence de la température .....	24
I.2.2.2 Influence de la teneur en hydrogène dissous.....	24
I.2.3 Influence des paramètres mécaniques .....	25
I.2.3.1 Influence des contraintes appliquées.....	26
I.2.3.2 Influence des contraintes internes .....	28
I.2.4 Synthèse de l'influence des paramètres sur le comportement en CSC des alliages à base de nickel soudés .....	29
I.3 Corrélation entre la microstructure et/ou son état mécanique local et l'amorçage de la fissuration en CSC des alliages à base de nickel soudés.....	31
Chapitre II Matériau de l'étude.....	35
II.1 Moule de soudure : description et procédés de soudage utilisés .....	35
II.1.1 Les soudures dans les REP .....	35
II.1.2 Matériaux de l'étude .....	36
II.1.3 Défauts de soudage rencontrés sur les moules de l'étude .....	39
II.2 Composition chimique des alliages 82 étudiés .....	40
II.3 Prélèvement et mise en forme des éprouvettes U-bend .....	42
II.4 Caractérisation de la microstructure : morphologie et orientations cristallographiques des grains.....	44
II.4.1 Observations en microscopie optique.....	44

II.4.2	Analyse de la microstructure par EBSD : morphologie et orientations cristallographiques des grains .....	45
II.4.2.1	Nature des joints de grains.....	47
II.4.2.2	Morphologie des grains .....	50
II.4.2.3	Analyse des orientations cristallographiques .....	53
II.4.2.4	Bilan des analyses EBSD sur la morphologie et les orientations cristallographiques.....	55
II.5	Etat de la précipitation.....	57
II.5.1	Préparation des lames minces .....	57
II.5.2	Observations MEB .....	57
II.5.3	Observations MET .....	58
II.6	Synthèse .....	60
Chapitre III	Amorçage de fissures de CSC et aspects microstructuraux .....	63
III.1	Méthodologie.....	63
III.2	Essais d'amorçage .....	64
III.2.1	Etude de l'effet de la présence des microgrilles d'or sur le mécanisme de CSC 68	
III.2.2	Etude de la cinétique d'apparition de fissures de CSC .....	72
III.3	Corrélation entre microstructure et amorces de fissures de CSC .....	75
III.3.1	Morphologie et orientations cristallographiques des grains adjacents aux fissures 75	
III.3.2	Etude des hétérogénéités de composition chimique au sein d'une passe de soudage 86	
III.3.2.1	Objectifs et démarche .....	86
III.3.2.2	Effet du traitement thermique sur la microstructure de la soudure .....	90
III.3.2.3	Hétérogénéité chimique au sein d'une passe de soudage : comparaison entre le pied et le milieu de passe.....	95
III.3.2.4	Hypothèse concernant une possible ségrégation de soufre aux joints de grains pour les éprouvettes issues des moules A et A' .....	96
III.4	Synthèse .....	98
Chapitre IV	Etude des champs mécaniques : corrélation avec les sites d'amorçage et la microstructure .....	101
IV.1	Etude macroscopique de la force appliquée sur les éprouvettes U-bend.....	101
IV.2	Etudes des champs de déformation et leur corrélation avec la microstructure et l'amorçage des fissures .....	103
IV.2.1	Mesure des champs de déformation en surface .....	103
IV.2.2	Corrélation des champs de déformation avec la microstructure et les sites d'amorçage .....	107
IV.3	Etude par simulations numériques par éléments finis des contraintes au voisinage des joints de grains .....	114
IV.3.1	Démarche .....	114

IV.3.2	Identification de la loi de comportement .....	115
IV.3.3	Mise en place de la géométrie.....	119
IV.3.4	Résultats des simulations numériques par éléments finis en appliquant des conditions aux limites macroscopiques homogènes .....	120
IV.3.5	Résultats des simulations numériques par éléments finis avec l'application de conditions aux limites expérimentales .....	124
IV.4	Association des champs mécaniques locaux à l'amorçage et à la microstructure	129
IV.5	Synthèse .....	136
Chapitre V	Discussion générale .....	139
V.1	Sensibilité à l'amorçage de l'Alliage 82 en vapeur hydrogénée .....	141
V.2	Comparaison du comportement en amorçage entre les moules, effet du procédé et/ou de la composition chimique .....	146
V.3	Synthèse des paramètres sensibilisant la cohésion du joint de grains.....	149
V.4	Perspectives.....	151
	Conclusion générale.....	153
	Références.....	157
	Annexes .....	167
	Annexe 1 : Tableau de synthèse non exhaustif des couches d'oxyde observées en surface des alliages à base de nickel.....	169
	Annexe 2 : Description des procédés de soudage GTAW et FCAW (dérivé du GMAW).....	170
	Annexe 3 : Mise en forme des éprouvettes U-bend : calculs théoriques pour une déformation donnée à l'apex des éprouvettes .....	172
	Annexe 4 : Tableau Récapitulatif des éprouvettes U-bend mises en forme pour les essais d'amorçage .....	173
	Annexe 5 : Cartographies EBSD et figures de pôles .....	174
	Annexe 6 : Comparaison des distributions des tailles de grains des zones caractérisées des éprouvettes des moules A, B et B' dans les deux plans de prélèvement .....	178
	Annexe 7 : Comparaison des distributions des facteurs de forme des zones caractérisées des moules A, B et B' suivant les deux plans de prélèvement.....	179
	Annexe 8 : Distributions des facteurs multiplicateurs des aires entre les grains adjacents aux fissures (noté « F ») et comparaison à la distribution sur l'ensemble des zones analysées	180
	Annexe 9 : Comparaisons des distributions des facteurs de forme entre les grains des zones analysées et les grains adjacents aux joints fissurés (noté « F »).....	181
	Annexe 10 : Analyses en microsonde de Castaing des moules A, A', B et B' .....	182
	Annexe 11 : Analyses par SIMS réalisées sur les moules A et A' .....	187
	Annexe 12 : Dépôt des microgrilles à la surface des éprouvettes U-bend .....	189
	Annexe 13 : Ajustement des valeurs de déformation locale lors d'une position éloignée de l'apex.....	191
	Annexe 14 : Champs de déformation des éprouvettes .....	194
	Annexe 15 : Corrélation entre champs de déformation (corrigés), localisations des fissures et microstructure .....	201

Annexe 16 : Comparaison entre champs de déformation dans la direction T obtenus numériquement, avec les conditions aux limites expérimentales, et champs mesurés expérimentalement.....	203
Annexe 17 : Champs des contraintes normales au joint de grains normalisées par la contrainte .....	206

## Liste des figures

Figure 0-1 : Schéma d'un réacteur à eau pressurisée ( <a href="http://www.asn.fr/index.php/Les-activites-controlees-par-l-ASN/Production-d-Electricite/Centrales-nucleaires">http://www.asn.fr/index.php/Les-activites-controlees-par-l-ASN/Production-d-Electricite/Centrales-nucleaires</a> ) .....	1
Figure 0-2 : Schéma de localisation des soudures en alliage à base de nickel dans le circuit primaire des REP [EPRI2007] .....	3
Figure 0-3 : (a.) Schéma d'une soudure de type pénétration partielle (J-Groove) en Alliage 182 dans le couvercle de cuve de réacteur [Duisabeau2010] et (b.) schéma d'une liaison bimétallique de type pénétration totale (Butt weld) entre l'acier faiblement allié de la cuve et l'acier inoxydable austénitique de la tuyauterie [Celin2011] .....	4
Figure 0-4 : Diagramme de Venn des facteurs menant à la Corrosion Sous Contrainte .....	5
Figure 0-5 : Processus à prendre en compte dans l'étude de la CSC [Huguenin2012] (d'après Staehle2011) .....	5
Figure 0-6 : Nombre cumulé de cas de fissuration de soudures en alliage à base de nickel de type pénétration totale (Butt welds) et de type J-groove en fonction du temps de fonctionnement ([Wehbi2014] d'après [EPRI2007]) .....	7
Figure I-1 : Schéma des couches d'oxyde duplex observées sur l'Alliage 600 en milieu primaire à 360°C par Panter et al. [Panter2006] (a.), sur l'Alliage 690 en milieu primaire à 325°C par Marchetti et al. [Marchetti2010] (b.) et sur l'Alliage 82 en milieu primaire à 340°C par Chaumun et al. [Chaumun2012] (c.) .....	10
Figure I-2 : Schéma de la couche duplex observée en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C sur l'Alliage 82 par Chaumun et al. [Chaumun2012] .....	11
Figure I-3 : Schéma (a.) d'une éprouvette U-bend munie d'un ressort pour maintenir la sollicitation durant toute la durée de l'essai [Calonne2010], (b.) photographie d'éprouvette RUB (Reverse U-Bend) [Economy1987] .....	12
Figure I-4 : Schéma d'une éprouvette CT [Helie2003] .....	12
Figure I-5 : Vitesses de propagation maximales des fissures en fonction du facteur d'intensité des contraintes des Alliages 82, 182 et 132 (également un alliage à base de nickel soudé) à 325°C (ligne bleue correspondant à une vitesse de 1mm/an) ([White2005] d'après [EPRI2002]) .....	13
Figure I-6 : Vitesses de propagation moyennes des fissures en fonction du facteur d'intensité des contraintes des Alliages 82, 182 et 132 (également un alliage à base de nickel soudé) à 325°C (ligne bleue correspondant à une vitesse de 1mm/an) ([White2005] d'après [EPRI2002]) .....	14
Figure I-7 : Observations au MEB de la microstructure de l'A600 révélée après attaque chimique par une solution de brome-méthanol, (a) [Lee2001] et (b) [Guerre2004] .....	15
Figure I-8 : Observation macroscopique transverse de la microstructure de grains colonnaires d'un A82 soudé (a.), observation microscopique des dendrites qui composent la structure colonnaire de l'A82 révélant les joints de dendrites et la précipitation intergranulaire (b.) et une observation de la même zone (c.) en contraste noir révélant les zones dendritiques et des espaces interdendritiques par microscopie optique [Brown2005] .....	15
Figure I-9 : Sens de prélèvement des éprouvettes CT suivant la direction de soudage L, la largeur de la soudure T et l'épaisseur de la soudure S [White2005] .....	17
Figure I-10 : (a.) Schéma de la coupe longitudinale d'une capsule prélevée dans une soudure en A182, (b.) schéma de la coupe transversale de la capsule et (c.) vue macroscopique d'une	



capsule après essai de CSC en milieu primaire sous une sollicitation de pression interne [Scott2005].....	17
Figure I-11 : Faciès de rupture d'éprouvette CT en Alliage 82H (composition chimique semblable à l'A82 mais avec un taux de carbone >0,3%) après essai de propagation en milieu primaire à 338°C, la direction de propagation est parallèle au sens de croissance des dendrites (TS, Figure I-9) et sont composées d'amorces localisées de CSC réparties de façon hétérogène le long du front de pré-fissuration [Mills2005].....	18
Figure I-12 : Front de propagation de fissure dans une éprouvette CT en Alliage 82H (composition chimique semblable à l'A82 mais avec un taux de carbone >0,3%) après essai de propagation en milieu primaire à 338°C sur une éprouvette prélevée dans le sens TL (Figure I-9) [Mills2005].....	19
Figure I-13 : Tenue en CSC de l'Alliage 82 avec une teneur faible en carbone <0,3% (low carbon) et une teneur élevée en carbone ≥0,3% (high carbon) en fonction du temps en milieu primaire REP à 360°C [Mullen1992].....	20
Figure I-14 : Distributions de la nature des joints de grains dans deux nuances d'Alliage 182 soudés, en (a) et (b) : cartographie EBSD de surfaces colinéaires au sens de croissance des dendrites avec les joints de grains repérés en bleu, vert et rouge correspondant respectivement aux joints de grains HAGB, LAB et CSL, et en (c) distribution de chaque nature de joint de grains [Peng2013].....	23
Figure I-15 : Vitesse de propagation en fonction de l'inverse de la température de l'A182 [LeHong2001a].....	24
Figure I-16 : Vitesse de propagation des fissures de CSC en fonction de la teneur en hydrogène dans le milieu primaire à 338°C de l'Alliage 82H avec une pression partielle d'équilibre Ni/NiO à 13,8 cc/kg de pression d'hydrogène [Attanasio2003] (scc : Shear-Gradient Concentration Coupling).....	25
Figure I-17 : Vitesse de propagation de fissures de CSC dans l'A82 en milieu primaire à 288°C en fonction de la teneur en hydrogène dissous [Paraventi2005].....	25
Figure I-18 : Influence du facteur d'intensité des contraintes sur la vitesse de propagation des fissures de CSC dans l'A182 en milieu primaire pour différentes température [LeHong2001a]. .....	27
Figure I-19 : Analyses EBSD réalisées autour d'une fissure de CSC d'une éprouvette CT en A600 testée en milieu d'eau pure à 360°C avec la représentation des joints de grains (gauche), des désorientations cristallographiques en fonction des angles d'Euler (centre) et des désorientations donnant les informations qualitatives de la déformation (droite) d'une zone autour de la fissure (SCC crack) et en pointe de fissure (SCC tip) associée à la désorientation intergranulaire, illustrant le degré de plasticité du métal d'une faible désorientation (bleu) à une forte désorientation (rouge) [Young2005] .....	32
Figure I-20 : Absence d'amas de dislocations en pointe de fissure observé par MET sur une lame mince provenant d'une éprouvette CT en A600 découpée en son milieu après un essai de propagation en milieu eau pure désaérée à 360 °C [Young2005].....	33
Figure II-1 : Soudure à passes multiples [Cazes1995].....	36
Figure II-2 : Vue (LT) d'un moule de soudure (a.) et vue en coupe d'un moule obtenue en microscopie optique après polissage mécanique (b.) .....	36
Figure II-3 : Schéma illustrant la disposition des composants avant l'opération de soudage.	37
Figure II-4 : Description des zones composant un cordon de soudure [Murry1994].....	39
Figure II-5 : Manque de fusion entre l'Alliage 82 et l'Acier 304L observée par microscopie électronique à balayage .....	40

Figure II-6 : Macrographie d'une plaquette prélevée dans un moule de soudure .....	42
Figure II-7 : Schéma de prélèvement dans le cordons de soudure des éprouvettes TL et TS pour les caractérisations microstructurales et les essais d'amorçage (L direction de dépôt du cordon de soudure et T et S sont respectivement la largeur et la hauteur du cordon de soudure) .....	43
Figure II-8 : Schéma des matrices utilisées pour la mise en forme des éprouvettes U-bend pour une déformation de -2% ou +12% et pour une épaisseur de plaquettes de 1,5 mm .....	43
Figure II-9 : Macrographie du dispositif U-bend .....	44
Figure II-10 : Observations par microscopie optique de la microstructure dendritique de l'Alliage 82 soudé du moule A après un polissage mécanique et un polissage électrolytique de 5 V pendant 15 secondes en (a.) et du moule 12 (semblable au moule B) après traitement thermique à 600 °C pendant quelques heures en (b.) .....	45
Figure II-11 : Observation par microscopie optique des passes de soudage et des dendrites traversant plusieurs passes sur une éprouvette prélevée dans le moule A, dans le sens TS, après polissage mécanique, de finition et électrolytique .....	45
Figure II-12 : Cartographies EBSD représentant l'axe S avec le code couleur des figure de pôles inverses, des éprouvette EP991 et EP1291 du moule A, EP921 et EP1311 du moule B et EP899 et EP1313 pour le moule B', avec les figures de pôles associées à la cartographie à droite .....	47
Figure II-13 : (a.) Analyse EBSD de l'EP900 du moule B' avec les joints de grains généraux en noir et les joints de grains spéciaux en couleur (b.) histogramme de répartition montrant une majorité de $\Sigma 3$ .....	49
Figure II-14 : (a.) Analyse EBSD de l'EP991 du moule A avec les joints de grains généraux en noir et les joints de grains spéciaux en couleur (b.) histogramme de répartition montrant une majorité de $\Sigma 5$ .....	49
Figure II-15 : Distributions des aires des éprouvettes EP991 et EP1291 du moule A en rouge, EP921 et EP1311 du moule B en bleu, EP900 et EPEP1313 du moule B' en noir, dans le plan de prélèvement TL (barreaux pleins) et TS (barreaux hachurés) avec la moyenne et de l'écart-type de chaque distribution dans le tableau .....	51
Figure II-16 : (a.) Distributions des facteurs de forme des éprouvettes EP991 et EP1291 du moule A en rouge, EP921 et EP1311 du moule B en bleu, EP900 et EPEP1313 du moule B' en noir, dans le plan de prélèvement TL (barreaux pleins) et TS (barreaux hachurés) avec en (b.) le tableau de la moyenne et de l'écart-type de chaque distribution .....	52
Figure II-17 : Localisation des grains présentant un diamètre équivalent inférieur à 250 $\mu\text{m}$ sur les éprouvettes du moule A EP991 (TL) et EP1291 (TS) et sur les éprouvettes du moule B EP921 (TL) et EP1311 (TS) .....	53
Figure II-18 : Cartographie EBSD de l'éprouvette EP921 prélevée dans le plan TL du moule B avec le code couleur des figures de pôles inverses suivant l'axe S, avec la figure de pôles de la cartographie globale à droite et les figures de pôles des sous-zones correspondantes entourées en pointillés .....	54
Figure II-19 : Représentation schématique des morphologies moyennes (aires et facteur de forme) et les orientations cristallographiques majoritaires observées pour chaque moule ....	56
Figure II-20 : Observations MEB en mode électrons secondaires des lames minces du moule A (a.) et ( b.) et du moule B (c.) et (d.) .....	58
Figure II-21 : (a) Image MET en mode STEM-HAADF (Z-contraste) de la précipitation intergranulaire observée sur le moule A et (b) analyse EDX d'un profil traversant le joint de grain pour révéler la précipitation intergranulaire de carbure de niobium NbC contenant légèrement de l'oxygène .....	58

Figure II-22 : Images MET de la précipitation intragranulaire et intergranulaire du moule B en mode champ noir (Dark Field) pour (a.) et en mode STEM-HAADF (Z-contraste) pour (e.) avec respectivement les analyses EDX associées en (b.) et (c.) pour les précipités observés sur (a.), et en (f.) pour le précipité de l'image (e.) .....	59
Figure II-23 : Image MET en mode STEM-HAADF (Z-contraste) de la précipitation intragranulaire de forme irrégulière en (a.) et sphérique en (c.) avec l'analyse EDX du précipité de forme irrégulière en (b.) et le profil (de haut en bas) du précipité sphérique en (d.) .....	60
Figure III-1 : Méthodologie d'identification des paramètres caractérisant la sensibilité des joints de grains fissurés par CSC .....	64
Figure III-2 : (a.) Photographie de la partie inférieure de l'autoclave et (b.) photographie des éprouvettes U-bend installées sur le porte-échantillons adapté à l'autoclave de 23L .....	65
Figure III-3 : Observations de deux éprouvettes du moule B après 2500h d'essai en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C par microscopie électronique à balayage (MEB), en mode électrons secondaires à une tension d'accélération de 15 keV : cristallites localisées sur les joints de grains (EP921) (a.) et cristallites localisées sur les barreaux et entre les barreaux des grilles (EP922) en (b.) .....	67
Figure III-4 : Schéma de prélèvement d'un échantillon (pointillés vert) pour les observations en coupe des éprouvettes U-bend .....	68
Figure III-5 : Observations par MEB en mode électrons rétrodiffusés à 7 keV et à une distance de travail d'environ 5 mm des coupes longitudinales sur l'éprouvette EP921 du moule B équipée de microgrilles en (a.) et (b.) et sur l'éprouvette EP900 du moule B' équipée de microgrilles en (c.) et (d.) .....	69
Figure III-6 : Analyses chimiques par EDX sous MET de 7 pointés réalisés sur une amorces de fissure par CSC non ouverte avec la localisation des pointés sur une image de la zone analysée en mode HAADF STEM et la composition chimique en pourcentage massique associée .....	70
Figure III-7 : Observations des coupes par MEB en mode électrons rétrodiffusés à 7 keV et à une distance de travail d'environ 5 mm sur l'éprouvette EP919 sans microgrilles du moule B en (a.) et (b.) .....	71
Figure III-8 : Observation au MEB de la surface de l'éprouvette U-bend prélevée dans le moule B sans microgrilles (EP919) après 3500h d'essai en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C à gauche et analyses chimiques EDX d'une cristallite et de la matrice .....	71
Figure III-9 : Observation au MET en mode HAADF (contraste chimique) d'une cristallite à l'aplomb d'un barreau de microgrille d'or de l'éprouvette U-bend prélevée dans le moule B équipée de microgrilles (EP921) après 2500h d'essai en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C en (a.) et profil de composition chimique obtenu par l'analyse EDX à travers la cristallite et la matrice sous-jacente (b.) (Pourcentage massique) .....	72
Figure III-10 : Nombre de fissures recensées en fonction du temps d'essai des éprouvettes U-bend. Comparaison entre éprouvettes U-bend équipées de microgrilles en (a.) et sans microgrilles en (b.) (Les éprouvettes issues du moule A sont en rouge, celles du moule B en bleu et celles du moule B' en noir ; les courbes en pointillés sont les éprouvettes U-bend prélevées dans le sens TS) .....	73
Figure III-11 : Evolution du rapport de la longueur totale de joints de grains fissurés ( $L_{totjgf}$ ) sur la longueur totale de joints de grains dans la zone analysée normalisée par la taille de la surface observée ( $L_{totNjg}$ ). Comparaison entre éprouvettes U-bend équipée de microgrilles (a.) et sans microgrilles (b.) (les éprouvettes U-bend issues du moule A sont en rouge, celles du moule B en bleu et celles du moule B' en noir, les courbes en pointillés correspondent aux éprouvettes prélevées dans le sens TS) .....	74

Figure III-12 : Evolution du rapport de la longueur moyenne des joints de grains fissurés ( $L_{moyjgf}$ ) sur la longueur moyenne des joints de grains ( $L_{moyjg}$ ). Comparaison entre éprouvettes U-bend équipées de microgrilles (a.) et sans microgrilles (b.) (les éprouvettes U-bend issues du moule A sont en rouge, celles du moule B en bleu et celles du moule B' en noir ; les courbes en pointillés correspondent aux éprouvettes prélevées dans le sens TS).	74
Figure III-13 : Tracé des fissures (en trait noir) sur la microstructure, obtenue par une analyse EBSD des éprouvettes du moule A prélevées dans le plan TL et sollicitées suivant la direction T (EP990, EP991, EP992 et EP993). Essai de CSC réalisé en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C pendant 2500h.	76
Figure III-14 : Tracé des fissures (en trait noir) sur la microstructure obtenue par une analyse EBSD de l'éprouvette U-bend EP1291 du moule A prélevée dans le sens TS et sollicitée suivant la direction T. Essai de CSC réalisé en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C pendant 3500h.	76
Figure III-15 : Tracé des fissures (en trait noir) sur la microstructure obtenue par une analyse EBSD des éprouvettes du moule B prélevées dans le plan TL et sollicitées suivant la direction T (EP921, EP922). Essai de CSC réalisé en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C pendant 2500h.	77
Figure III-16 : Tracé des fissures (en trait noir) sur la microstructure obtenue par une analyse EBSD de l'éprouvette EP900 du moule B' prélevée dans le plan TL et sollicitée suivant la direction T. Essai de CSC réalisé en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400 °C pendant 2500h.	77
Figure III-17 : Comparaison des figures de pôles des grains de la zone analysée et des grains adjacents aux joints de grains fissurés respectivement en (a.) et (b.) pour l'éprouvette EP991 prélevée dans le plan TL du moule A, et respectivement en (c.) et (d.) pour l'éprouvette EP921 prélevée dans le plan TL du moule B.	79
Figure III-18 : Comparaison : en barreaux pleins des distributions des aires de tous les grains des zones analysées provenant des éprouvettes EP921, EP922, EP991, EP1291 issues des moules A et B et pour différents sens de prélèvement, en barreaux hachurés des distributions des aires des grains adjacents aux joints de grains fissurés. Le tableau reprend les valeurs statistiques en termes de moyenne et d'écart type pour chaque analyse et la lettre F ou la notation fiss correspond aux analyses des grains adjacents aux fissures.	80
Figure III-19 : Comparaison en barreaux pleins des distributions des aires de tous les grains des zones analysées provenant des éprouvettes EP990, EP992 et EP993 issues du plan de prélèvement TL du moule A, en barreaux hachurés des distributions des aires des grains adjacents aux joints de grains fissurés. Le tableau reprend les valeurs statistiques en termes de moyenne et d'écart-type pour chaque analyse et la lettre F ou la notation fiss correspond aux analyses des grains adjacents aux fissures.	81
Figure III-20 : (a.) Distributions des facteurs de Schmid pour les éprouvettes EP 991, EP1291, EP921, EP922 et (b.) Distribution des facteurs de Schmid pour les éprouvettes du moule A prélevées dans le sens TL : EP990, EP992, et EP993. Barreaux pleins : ensemble des grains des zones analysées, barreaux hachurés : grains adjacents aux joints de grains fissurés.	82
Figure III-21 : Distributions des facteurs multiplicateurs caractérisant la différence de taille de grains entre couples de grains adjacents aux joints de grains fissurés dans le sens TS. Les moyennes et les écarts-types des distributions sont également reportés dans le tableau à côté de la légende.	83
Figure III-22 : Distributions de la plus petite aire entre grains adjacents aux joints de grains fissurés. Epruvettes issues du moule A prélevées dans le plan TL et TS et du moule B dans le plan TL. Les moyennes et les écarts-types des distributions sont également reportés dans le tableau à côté de la légende.	84

Figure III-23 : Comparaison de la distribution des facteurs de forme entre les grains présents dans les zones analysées (barreaux pleins) et les grains adjacents aux fissures observées (barreaux hachurés). Eprouvette EP921 prélevée dans le moule B dans le sens TL, EP991 prélevée dans le moule A dans le sens TL, et EP1291 prélevée dans le moule A dans le sens TS. Les moyennes et les écarts-types des distributions sont également reportés dans le tableau à côté de la légende.....	84
Figure III-24 : Superposition de la microstructure observée au microscope optique et caractérisée par EBSD : plaquette EP1295 prélevée dans le plan TS du moule A .....	87
Figure III-25 : Repérages des zones analysées par microsonde et correspondance avec la microstructure analysée par EBSD pour le moule A brut de soudage (a.) et traité thermiquement (b.) .....	88
Figure III-26: Repérages des zones analysées par microsonde avec correspondance de la microstructure analysée par EBSD pour le moule B (a.) et moule B' (b.).....	88
Figure III-27 : Schéma des principaux composants de l'instrumentation du SIMS [CoursProbion] .....	89
Figure III-28 : Observations MEB d'une lame mince issue du moule B' en mode électrons secondaires en (a.) (la partie centrale noire est le trou de la lame mince) et d'un joint de grains en mode électrons rétrodiffusés accompagné d'un agrandissement de la zone du joint en (b.) [Sennour2013].....	90
Figure III-29 : Images MET en mode STEM-HAADF d'un joint de grains du moule B' (a) et en mode TEM champ clair d'un autre joint du même moule (b.), (c.) et (d.) Des cartographies chimiques EFTEM du chrome et du carbone de la même zone que (b), (e) (e.) Image haute résolution de la zone encadrée en (b.) et la transformée de Fourier en (f.) mis en évidence la superposition des réseaux du carbure de chrome $Cr_{23}C_6$ (en jaune) et de l'Alliage 82 (en blanc) .....	91
Figure III-30 : Image MET en mode STEM-HAADF d'un joint de grains issu du moule A' (a) et analyse EDX d'un précipité de carbure de niobium (b) .....	92
Figure III-31 : Exemple de résultats représentatifs des analyses effectuées par microsonde de Castaing de l'aluminium, du titane et du soufre mesurées en surface sur les moules B et B' ainsi que les fractions surfaciques mesurées par Image J® sur chaque cartographie (100 $\mu m$ x 100 $\mu m$ avec une résolution de 0,5 $\mu m$ ).....	93
Figure III-32 : Exemples de résultats représentatifs des analyses effectuées par microsonde de Castaing de l'aluminium, du titane et du soufre mesurés en surface sur les moules A et A' ainsi que les fractions surfaciques mesurées par Image J® de chaque cartographie (100 $\mu m$ x 100 $\mu m$ avec une résolution de 0,5 $\mu m$ ).....	93
Figure III-33 : Analyse EBSD de l'éprouvette EP1719 prélevée dans le plan TL du moule A' (traité thermiquement) en (a.) et les figures de pôles de la zone analysée en (b.) .....	94
Figure III-34 : Distributions des aires des grains des éprouvettes du moule A (EP991, EP993 et EP1715) et du moule A' (EP1719) prélevées dans le plan TL en (a.) et distributions des facteurs de forme des grains issus de l'analyse EBSD, avec les tableaux respectifs des moyennes et des écarts-types de chaque distribution .....	94
Figure III-35 : Analyses SIMS du soufre en mode cartographie après l'augmentation du rapport signal/bruit. Cartographies correspondant à la superposition de 20 analyses de 80 sec/passage sur le moule A (brut de soudage) avec la localisation des joints de grains en pointillés blancs.....	97
Figure III-36: Analyses SIMS du soufre en mode cartographie après l'augmentation du rapport signal/bruit. Cartographies correspondant à la superposition de 20 analyses de 80 sec/passage sur les zones du moule A' avec la localisation des joints de grains en pointillés blancs.....	97



Figure IV-1 : Corrélation entre la force appliquée sur les éprouvettes U-bend et le pourcentage de joints de grains perpendiculaires à la direction de sollicitation d'une part et au nombre de fissures en surface mesuré par MEB d'autre part.....	102
Figure IV-2 : Schéma de positionnement des microgrilles sur les plaquettes prélevées dans les plans TL (a.) et TS (b.).....	103
Figure IV-3 : Image MEB en mode électrons secondaires d'une partie de microgrille.....	104
Figure IV-4 : Champs de déformation mesurés à la surface de l'éprouvette U-bend EP921 (moule B), déformations équivalentes de von Mises (à gauche), composante de déformation suivant l'axe de sollicitation T (colonne de droite avec correction de la défocalisation et du tilt). Les déformations moyennes de chaque champ sont reportées dans le tableau juxtaposé.	106
Figure IV-5 : Distributions de la déformation dans chaque grille mesurée sur l'éprouvette U-bend EP921 (moule B) : composante de déformation suivant l'axe de sollicitation des microgrilles de la colonne de gauche (a.) et des microgrilles de la colonne de droite (b.). Les moyennes et les écarts-types de chaque distribution sont reportés dans les tableaux sous-jacents.....	106
Figure IV-6 : Distribution de la déformation dans chaque grille mesurée sur l'éprouvette U-bend EP921 (moule B) : déformation équivalente de von Mises des microgrilles de la colonne de gauche (a.) et de la colonne de droite (b.). Les moyennes et les écarts-types de chaque distribution sont reportés dans les tableaux sous-jacents.....	107
Figure IV-7 : Distributions des composantes de déformation suivant la direction de sollicitation de la grille 7 (deuxième microgrille sur la colonne de gauche) de l'éprouvette EP991, de la microgrille 14 (4 <sup>ème</sup> microgrille de la colonne de droite) de l'éprouvette EP992, toutes deux issues du moule A, de la grille 7 de l'éprouvette EP921 issue du moule B, et de la microgrille 2 (première microgrille sur la colonne de gauche) de l'éprouvette EP900 du moule B' .....	107
Figure IV-8 : (a.) Zone d'intérêt de la microstructure correspondant à la microgrille numéro 19 de l'éprouvette U-bend EP1313 du moule B' indexée suivant la nomenclature des figures de pôles inverses associée à la direction S, (b.) composante du champ de déformation suivant la direction de sollicitation T après la mise en forme à froid, (c.) évolution du champ de déformation après 1500h d'essai, (d.) variation du champ de déformation entre 1500h et 2500h d'essai, (e.) variation du champ de déformation entre 2500h et 3500h d'essai .....	108
Figure IV-9 : Eprouvettes EP991 et EP1291 du moule A, brut de soudage, prélevées, respectivement, dans les plans TL et TS. Recherche de corrélations entre les champs de déformation, les amorces de fissures (représentés en trait noirs) et la microstructure .....	111
Figure IV-10 : Eprouvettes EP921 et EP900 prélevées dans le plan TL, respectivement, du moule B et du moule B'. Recherche de corrélations entre les champs de déformation, les amorces de fissures (représentés en trait noirs), et la microstructure .....	112
Figure IV-11 : Joints de grains fissurés (en noir) et non fissurés (en bleu) choisis pour l'étude (a.) et différence des déformations moyennes mesurées localement et suivant la direction de sollicitation (T) au niveau des joints de grains sur une base de 40x30 $\mu\text{m}^2$ de part et d'autre du joint de grains (b).....	113
Figure IV-12: Courbe de comportement cyclique à 320°C de l'Alliage 82, moule B, sollicité suivant la direction L, pilotage en vitesse de déformation $2,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , à $R=0$ et $\sigma_{\text{max}} = 389 \text{ MPa}$ , 20 secondes par cycle.....	115
Figure IV-13 : (a.) Courbes de traction expérimentale (carrés rouges) et numériques accompagnées du tableau des paramètres de la loi cristalline identifiés par [Wehbi2014] (b.) .....	116
Figure IV-14 : Comparaison de la réponse numérique (verte) avec la courbe issue de l'essai de traction cyclique sur un échantillon du moule B. Seuls les 5 premiers cycles sont représentés ici.....	118

Figure IV-15 : Courbe simulée de traction jusqu'à 13% de déformation représentant le comportement de l'Alliage 82 avec la loi de comportement élasto-viscoplastique cristalline identifiée.....	119
Figure IV-16 : Représentation du bi-cristal utilisé pour les simulations numériques par éléments finis.....	120
Figure IV-17 : Modélisation du bi-cristal et des conditions aux limites appliquées pour imposer une déformation globale égale à 12%, valeur finale théorique atteinte par la déformation expérimentale macroscopique.....	121
Figure IV-18 : Visualisation des contraintes de von Mises ( $\sigma_{VMN}$ ) et normales au joint de grains ( $\sigma_{TTN}$ ), en (a.) et (c.) pour le joint de grains F12 (couple 1), et pour le joint de grains FI en (b.) et (d.) (Échelles normalisées par la contrainte mesurée à 12% de déformation macroscopique à 12%).....	121
Figure IV-19 : Visualisation de la composante de déformation normale au joint de grains ( $\varepsilon_{TT}$ ) du cas fissuré F12 (couple 1) (a.) et du cas non fissuré FI (b.) .....	122
Figure IV-20 : Représentation des nœuds auxquels sont interpolées les contraintes et les déformations pour l'établissement de profils.....	122
Figure IV-21 : (a.) Profils de contrainte suivant la direction de sollicitation T normalisée par la valeur moyenne macroscopique et (b.) Profils de déformation normale au joint de grains, cas du joint fissuré F12 .....	122
Figure IV-22 : Représentation des conditions aux limites et de la zone d'intérêt pour étudier les contraintes et les déformations proches du joint de grains .....	123
Figure IV-23 : Mesures des contraintes normales maximales ( $\sigma_{gb\ maxN}$ ) (a.) et des différences de déformation moyenne ( $\Delta\varepsilon_{gb}$ ) (b.) au niveau du joint de grains pour les cas fissurés en rouge et non fissurés en vert .....	124
Figure IV-24 : (a.) Visualisation des nœuds utilisés pour appliquer les conditions aux limites expérimentales sur le bi-cristal sur le contour bleu et (b.) observation de la taille du bi-cristal modélisé sur une microgrille de l'éprouvette EP921 du moule B et autour du joint de grains fissuré F12 (couple 1).....	125
Figure IV-25 : Résultats des déformations normales au joint de grains avec les conditions aux limites expérimentales appliquées sur le bi-cristal du joint de grains fissuré libellé F7 .....	126
Figure IV-26 : Comparaison des champs de déformation expérimentaux et numériques pour la composante de déformation normale au joint de grains, cas des joints de grains fissuré F12 et non fissuré FI.....	126
Figure IV-27 : Répartition des contraintes normales au joint de grains normalisées par la contrainte normale calculée à 12% de déformation macroscopique, cas des joints de grains F12 (fissuré) (a.) et FI (non fissuré) (b.) .....	127
Figure IV-28 : (a.) Contraintes normales maximales normalisées mesurées aux joints de grains fissurés en rouge et aux joints de grains non fissurés en vert ( $\sigma_{gb\ maxN}$ ) et (b.) différences de déformation moyenne mesurées au niveau des mêmes joints de grains ( $\Delta\varepsilon_{gb}$ ) avec les moyennes associées à chaque catégorie de joints de grains (fissurés en rouge et non fissurés en vert).....	128
Figure IV-29 : Produit des contraintes normales maximales normalisées mesurées au joint de grains avec le delta de la déformation en fonction (a.) du delta de déformation et (b.) de la contrainte normale maximale normalisée, cas fissurés en rouge et non fissurés en vert. ...	128
Figure IV-30 : Exemple de découpe par FIB autour d'une zone préalablement recouverte d'un dépôt de platine.....	129

Figure IV-31 : Observation au MEB en mode électrons secondaires de la section révélée par découpe au FIB et correspondant au joint de grains noté FI.....	130
Figure IV-32 : Observation par MET en mode HAADF du joint de grains Ff et profil d'analyse EDX de l'oxyde riche en chrome et du nickel pur au niveau du joint de grains ; %massique des éléments analysés.....	131
Figure IV-33 : Observations par MEB FIB en mode électrons secondaires des coupes de joints de grains Fd en (a.), Ff en (b.), Fp en (c.), FI en (d.), Fa en (e.) et Fo en (f.) .....	133
Figure IV-34 : (a.) Observation par MET en mode HAADF, après préparation FIB, de la pénétration d'oxyde du joint de grains noté Fme, (b.) agrandissement de la zone supérieure de la pénétration, (c.) profil EDX (1) de la pénétration, (d.) agrandissement de l'extrémité de la pénétration (e.) profil EDX (2), avec les pourcentages massiques des éléments.....	134
Figure IV-35 : Graphiques représentant le produit des contraintes normales maximales normalisées proches des joints de grains avec la différence de déformation en fonction (a.) de la différence de déformation et (b.) de la contrainte normale maximale normalisée ; joints de grains fissurés en rouge, les amorces en orange, les pénétrations en vert et le joint de grains non vérifié est en gris .....	135
Figure IV-36 : Graphiques des produits des contraintes normales maximales normalisées mesurées aux joints de grains recalculés suivant l'inclinaison en profondeur du joint de grains avec la différence de déformation (a.) en fonction de la différence de déformation et (b.) en fonction de la contrainte normale maximale normalisée; joints de grains fissurés en rouge, les amorces en orange, les pénétrations en vert.....	136
Figure V-1 : (a.) Observation au MET en mode STEM-HAADF de la pénétration dans le joint de grains Fme et (b.) observation par MEB d'une coupe du joint de grains FI en mode électrons secondaires (l'éprouvette EP921 prélevée dans le plan TL du moule B) .....	142
Figure V-2 : (a.) Observation en surface par MEB d'une fissure et (b.) par MEB en mode électrons secondaires d'une coupe du joint de grains Ff (éprouvette EP921 prélevée dans le plan TL du moule B) .....	143
Figure V-3 : Observation au MET en mode HAADF de la pénétration pour le joint de grains fissuré Ff et profil de composition chimique par analyse EDX partant de l'alliage jusqu'au nickel pur à l'intérieur du joint de grains.....	143
Figure V-4 : Schéma de la précipitation dans l'Alliage 82 par Vaillant et al. [Vaillant2006]..	147





## Liste des tableaux

Tableau 0-1 : Principales caractéristiques du milieu primaire .....	2
Tableau 0-2 : Composition chimique nominale (%massique) d'après le RCC-M (Règles de Conception et de Construction des Matériels mécaniques des îlots nucléaires des REP) [AFCEN2012] des alliages à base de nickel 82, 182, 52 et 152.....	3
Tableau I-1 : Synthèse bibliographique non exhaustive des paramètres influençant le comportement en CSC des alliages à base de nickel soudés.....	30
Tableau II-1 : Récapitulatif des moules utilisés pour l'étude et fournis par Fouré-Lagadec ...	37
Tableau II-2 : Composition chimique en % massique des 3 fils d'Alliage 82 utilisés pour la fabrication des moules et spécification RCC-M pour l'Alliage 82 (ND : non détecté).....	40
Tableau II-3 : Comparaison entre la composition chimique en pourcentage massique du métal d'apport (fil) et la composition chimique mesurée dans la soudure .....	41
Tableau II-4 : Récapitulatif des éprouvettes analysées par EBSD .....	46
Tableau II-5 : Pourcentage de joints de grains généraux et spéciaux (dont l'angle de désorientation est $>15^\circ$ ) pour chaque éprouvette analysée par EBSD .....	48
Tableau II-6 : Pourcentage de joints de grains à $90^\circ \pm 20^\circ$ par rapport à l'axe de sollicitation et leur taille moyenne ( $\mu\text{m}$ ) .....	50
Tableau III-1 : Synthèse des résultats des essais d'amorçage : rapport du nombre d'éprouvettes fissurées sur le nombre d'éprouvettes testées après chaque interruption, suivant le moule et le sens de prélèvement .....	66
Tableau III-2 : Synthèse des conditions d'essais et du nombre total de fissures localisées sur chaque éprouvette U-bend pour l'essai en milieu vapeur d'eau hydrogénée à $400^\circ\text{C}$ , 188 bar et 0,7 bar de pression partielle d'hydrogène ( * : éprouvettes avec microstructure et champs cinématiques caractérisés) .....	67
Tableau III-3 : Récapitulatif du nombre de grains analysés dans les zones caractérisées et le nombre de grains autour des joints de grains fissurés pour chaque éprouvette.....	80
Tableau III-4 : Eléments analysés par SIMS pour chaque type de source .....	90
Tableau III-5 Fractions surfaciques (en%) de composés enrichis en soufre, en aluminium et en titane mesurées sur chaque zone analysée par microsonde (Analyse effectuée à l'aide d'image J <sup>®</sup> sur des surfaces de $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ situées en pied et en milieu de passe de soudage avec un pas de $0,5 \mu\text{m}$ ) .....	95
Tableau III-6 : Fractions surfaciques (en %) de composés enrichis en soufre, en l'aluminium, et en titane mesurées sur chaque zone analysée par SIMS des moules A et A' sur des surfaces de $150 \times 150 \mu\text{m}^2$ situées en pied et en milieu de passe de soudage avec un pas de $0,5 \mu\text{m}$ .....	95
Tableau IV-1 : Valeurs de la force appliquée sur les éprouvettes U-bend.....	102
Tableau IV-2 : Caractéristiques mécaniques issues d'essais de traction réalisés sur éprouvette cylindrique prélevée dans le moule 1 (similaire au moule B).....	115
Tableau IV-3 : Paramètres identifiés pour la loi de comportement élasto-viscoplastique ....	118
Tableau IV-4 : Contraintes normales moyennes (normalisées) relevées au niveau des joints de grains (zone d'intérêt) des cas fissurés et non fissurés.....	127

Tableau IV-5 : Profondeur de pénétration de l'oxyde, largeur totale des zones formées d'oxyde et de nickel pur, largeur de nickel pur dans le joint de grains et angle du plan du joint de grains par rapport au plan perpendiculaire à la sollicitation .....	132
Tableau IV-6 : Contraintes normales maximales suivant la direction de sollicitation et contraintes maximales perpendiculaire au joint de grains (avec la prise en compte de l'inclinaison réelle mesurée au joint de grains), valeurs normalisées par la contrainte macroscopique à 12% de déformation .....	136
Tableau V-1 : Synthèse des résultats .....	140
Tableau V-2 : Protocoles de préparation et résultats de l'essai d'amorçage après 1000 h visant à tester les différentes étapes de préparation des éprouvettes U-bend avec microgrilles ...	144
Tableau V-3 : Synthèse de la sensibilité des joints de grains suivant les paramètres étudiés .....	150

## Introduction générale

En France, la principale source de production d'électricité est l'énergie nucléaire. Le parc électronucléaire a accueilli les premières générations de centrales avant les années 70 avec les réacteurs Uranium Naturel Graphite Gaz (UNGG). La deuxième génération de centrales, qui a remplacé les réacteurs UNGG, sont les Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) dont le premier site a été inauguré en France en 1977 avec la centrale de Fessenheim. Dans le contexte économique et politique actuel, aussi bien national qu'international, les questions de sûreté concernant la production d'électricité d'origine nucléaire sont d'autant plus renforcées que les besoins de production d'électricité augmentent. Cette étude entre dans le cadre de nombreux travaux qui ont pour objectif de mieux caractériser le comportement des matériaux et d'optimiser les opérations de maintenance et de contrôles pour la prolongation de la durée de vie de 40 à 60 ans du parc électronucléaire actuel composé essentiellement de REP.

Les REP (Figure 0-1) font partie de la catégorie des Réacteurs à Eau Légère (Light Water Reactor (LWR)) [Hanninen2006]. Ce type de réacteur est présent non seulement sur le territoire français mais également à l'étranger pour la production d'énergie électrique. Au total, 58 réacteurs de type REP sont répartis sur 19 centrales nucléaires en France ([www.asn.fr](http://www.asn.fr)).

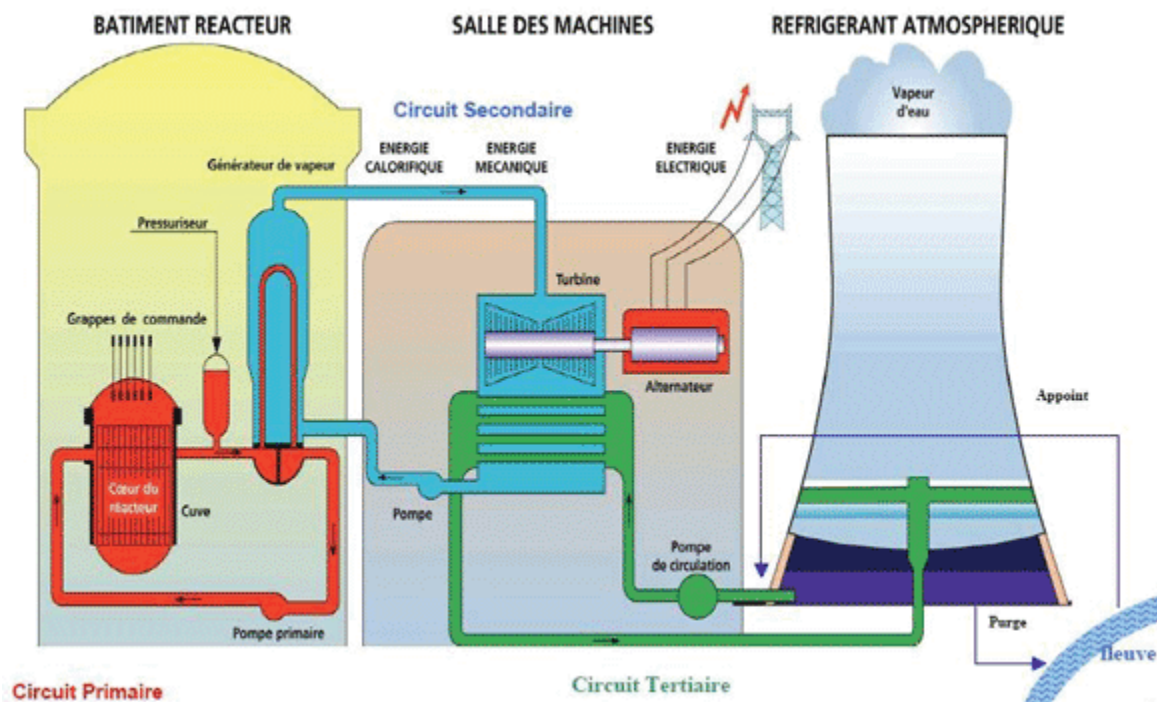


Figure 0-1 : Schéma d'un réacteur à eau pressurisée (<http://www.asn.fr/index.php/Les-activites-controlees-par-l-ASN/Production-d-Electricite/Centrales-nucleaires>)

Les REP sont composés de trois circuits :

- le circuit primaire, milieu monophasique liquide dans lequel se produit la réaction nucléaire visant à porter l'eau pressurisée à une température de 300 °C environ,
- le circuit secondaire, milieu bi-phasique (vapeur et liquide) dans lequel la vapeur d'eau sert à produire de l'électricité à l'aide d'un alternateur,
- le circuit tertiaire, ou circuit de refroidissement (monophasique), qui permet de refroidir le circuit secondaire pour retrouver de l'eau sous forme liquide.

Les principaux matériaux utilisés dans les REP sont les aciers faiblement alliés (également appelés acier bas carbone), les aciers inoxydables austénitiques et les alliages à base de

nickel [Hanninen2006]. Les alliages à base de nickel présents dans le circuit primaire retiendront notre attention dans la suite des paragraphes.

Le milieu qui circule dans le circuit primaire est composé principalement d'eau, de lithium et de bore. Le Tableau 0-1 détaille les principales caractéristiques du milieu primaire [Laghoutaris2009].

Température	285 à 340°C
Pression	155 bars
Débit	16500 t.h <sup>-1</sup>
Bore (H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> )	10 à 1200 ppm
Lithium (LiOH)	0,7 à 2,2 ppm
Hydrogène	25 à 35 mL.kg <sup>-1</sup>
Oxygène	<0,01 ppm
Chlorure	<0,05 ppm
Sulfate	<0,05 ppm
Fluorure	<0,05 ppm
pH (300°C)	≈7

Tableau 0-1 : Principales caractéristiques du milieu primaire

Dans le circuit primaire, les alliages à base de nickel, appelés INCONEL® dans l'industrie, sont présents comme matériaux massifs (plaques de partition) et tubulaires (tubes minces) avec l'utilisation des alliages 600 (A600), X-750, 800 et 718 mais également comme métaux déposés pour les liaisons bimétalliques avec l'utilisation des alliages 182, 82, 52 et 152 localisés au niveau de la cuve du réacteur et du générateur de vapeur pour les assemblages avec les tuyauteries de circuits et d'instrumentation. L'Alliage 690 (A690) est utilisé dans les circuits primaires des REP pour le remplacement de l'Alliage 600 en raison de l'apparition de nombreux cas de fissurations observés sur l'A600 à la suite de contrôles réalisés sur site [Vaillant2001]. En effet, les études en laboratoire, comme celles de Yonezawa *et al.* [Yonezawa1988] et de Vaillant *et al.* [Vaillant1999] ont montré que l'Alliage 690 a une tenue à la corrosion sous contrainte (CSC) meilleure que l'Alliage 600 puisque, suivant les conditions et le type d'essais réalisés, l'A690 présente peu, voire pas, de cas de fissuration contrairement à l'A600.

Le soudage est la technique d'assemblage utilisée pour joindre des composants dans les REP. Cette étude se concentre sur les alliages à base de nickel soudés présents dans le circuit primaire des REP. Le schéma de la Figure 0-2 permet de localiser les zones du circuit primaire concernées par les soudures en alliage à base de nickel. Les liaisons bimétalliques se situent au niveau des raccords [Celin2011]:

- de la cuve avec les buses en A600 en tête et au pied de la cuve pour l'instrumentation (RPV head nozzles et bottom head nozzles)
- dans les branches chaudes et froides du circuit (hot leg nozzles et cold leg nozzles),
- des tubes et des buses dans le générateur de vapeur (GV) (SG tubes et Drain nozzles),
- dans le pressuriseur et dans les échangeurs de chaleur (Nozzles Safe ends et instrument nozzles).

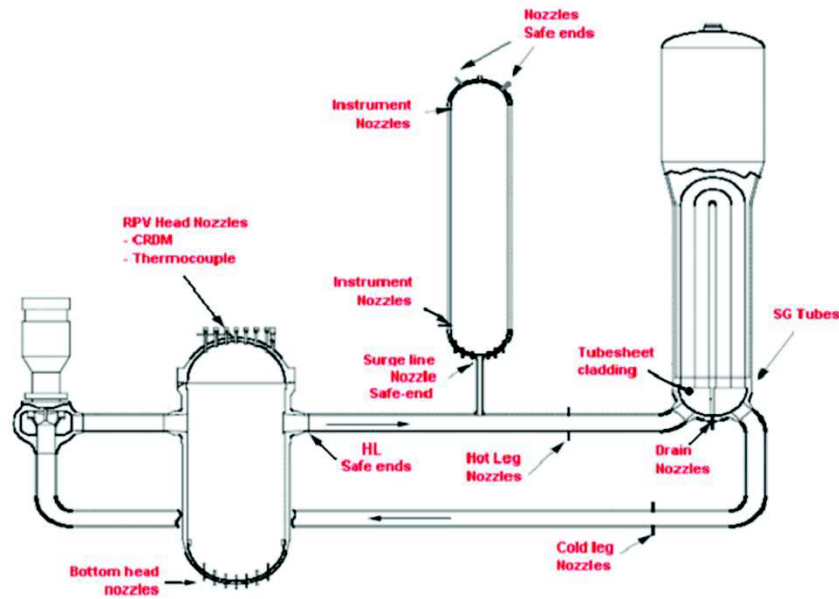


Figure 0-2 : Schéma de localisation des soudures en alliage à base de nickel dans le circuit primaire des REP [EPRI2007]

Les alliages à base de nickel sont utilisés dans les liaisons bimétalliques car ils ont une bonne résistance à la corrosion à haute température, une bonne soudabilité et un coefficient thermique de dilatation convenant aux deux composants (métaux de base). Comme dit précédemment, les principaux métaux d'apport en alliages à base de nickel utilisés pour les liaisons bimétalliques des REP sont les alliages 182, 82, 52 et 152 ([Fyfitch2012], [Vaillant2006] et [EPRI2007]). La principale différence entre ces alliages concerne leur composition chimique nominale (Tableau 0-2).

(%massique)	A 82	A 182	A 52	A 152
Ni	≥67	59	solde	solde
Cr	18-22	13-17	28-31,5	28-31,5
Fe	<3	10	8-12	8-12
C	<0,1	0,1	0,04 max	<0,045
Mn	2,5-3,5	5-9,5	1 max	<5
Cu	<0,5	<0,5	<0,3	<0,5
Co	<0,1	<0,1	-	-
Ti	<0,75	≤1	<1	<0,5
Al	-	-	<1,1	<1,1
Si	<0,5	1	0,5 max	<0,65
S	<0,015	<0,005	<0,01	<0,01
P	<0,03	<0,03	<0,02	<0,02
Nb+Ta	2-3	1-2,5	<0,1	1,2-2,2
Mo	-	-	<0,5	<0,5
V	-	-	-	-

Tableau 0-2 : Composition chimique nominale (%massique) d'après le RCC-M (Règles de Conception et de Construction des Matériaux mécaniques des îlots nucléaires des REP) [AFCEN2012] des alliages à base de nickel 82, 182, 52 et 152

Les alliages 82 et 182 (A82 et A182) sont plus particulièrement utilisés :

- pour les assemblages qui font intervenir l'A600, comme pour les pénétrations dans la tête de cuve du réacteur en acier faiblement allié (Figure 0-3 (a.)),
- pour les liaisons bimétalliques entre les aciers faiblement alliés et les aciers inoxydables comme l'exemple de la liaison entre la cuve et les tuyauteries (Figure 0-3 (b.)).

Les alliages 52 et 152 (A52 et A152) sont utilisés lors des assemblages avec l'A690.

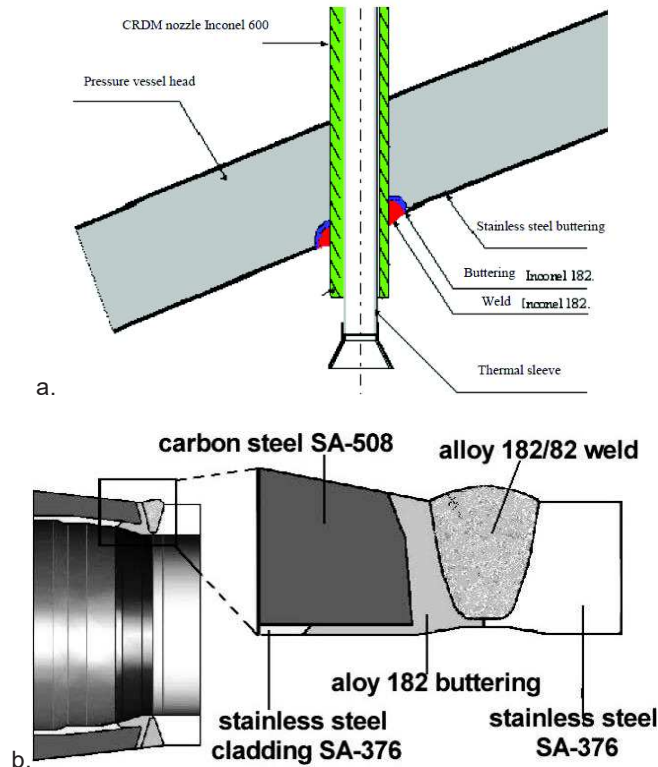


Figure 0-3 : (a.) Schéma d'une soudure de type pénétration partielle (J-Groove) en Alliage 182 dans le couvercle de cuve de réacteur [Duisabeau2010] et (b.) schéma d'une liaison bimétallique de type pénétration totale (Butt weld) entre l'acier faiblement allié de la cuve et l'acier inoxydable austénitique de la tuyauterie [Celin2011]

Le procédé de soudage retenu pour joindre les composants aux différents circuits des REP est le soudage à l'arc. Plusieurs procédés de soudage à l'arc sont utilisés ([Fyfitch2012] et [Hanninen2006]):

- le procédé de soudage à l'arc TIG (Tungsten Inert Gas) également appelé GTAW (Gas-Tungsten-Arc Welding),
- le procédé de soudage à l'arc avec électrode enrobée, appelé SMAW (Shielded Metal Arc Welding),
- le procédé de soudage à l'arc avec électrodes fusibles plus communément appelé soudage MIG/MAG (Metal Inert Gas-Metal Active Gas) ou GMAW (Gas Metal Arc Welding), et
- le procédé de soudage à l'arc submergé, appelé SAW (Submerged Arc Welding).

Cependant, la problématique de la tenue des composants et des soudures dans les milieux des REP est devenue rapidement le sujet de nombreuses études depuis plusieurs années [Coriou1959]. En effet, il a été constaté que la Corrosion Sous Contrainte (CSC) des alliages à base de nickel était un des principaux phénomènes de dégradation des composants des REP.



Le phénomène de dégradation par CSC se produit sous l'action conjuguée de trois facteurs représentés sur le schéma de la Figure 0-4. La CSC apparaît ainsi lors de la présence d'un matériau dans un milieu aqueux et sous l'action d'une sollicitation mécanique.

La variation de chacun de ces paramètres a une influence non négligeable sur la tenue à la CSC des composants du circuit primaire des REP. Le paragraphe I.2 du chapitre bibliographique (Chapitre I) présente, en quelques résultats, l'influence de chaque facteur sur le comportement des composants en CSC et particulièrement celui des alliages à base de nickel.

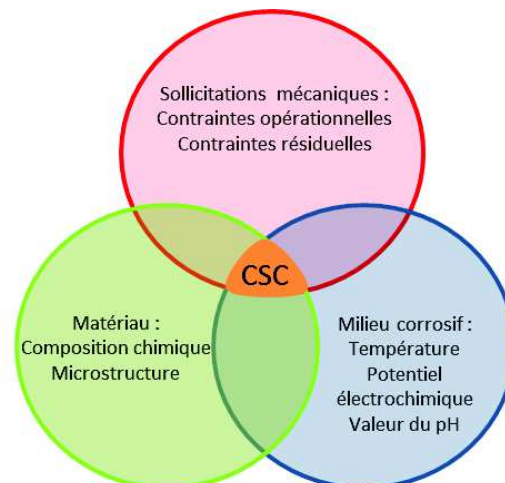


Figure 0-4 : Diagramme de Venn des facteurs menant à la Corrosion Sous Contrainte

La fissuration par CSC est un phénomène thermiquement activé. Le Hong *et al.* [LeHong2001b] et Staehle *et al.* [Staehle2011] décrivent tous deux de manière générale et complète les différentes étapes de la fissuration par CSC (Figure 0-5) :

- la condition initiale du matériau,
- la mise en milieu avec les conditions de service,
- l'amorçage de la fissure composé de l'incubation et de la formation de la fissure,
- la propagation de la fissure.

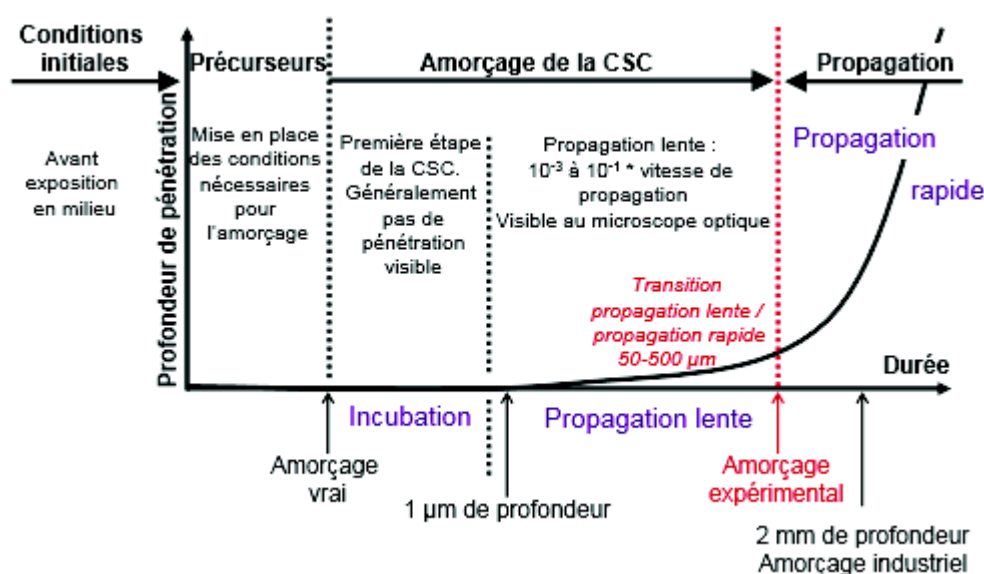


Figure 0-5 : Processus à prendre en compte dans l'étude de la CSC [Huguenin2012] (d'après Staehle2011)



En laboratoire, les étapes d'incubation, d'amorçage et de propagation sont étudiées séparément et font le sujet de nombreuses études. L'incubation est l'étape au cours de laquelle se forme une couche d'oxyde plus ou moins protectrice à la surface du matériau. La croissance de cette couche d'oxyde ainsi que les migrations d'espèces chimiques au sein de cette dernière sont principalement étudiées dans le but de comprendre quels sont les facteurs qui influencent la rupture de la couche d'oxyde menant à l'amorçage de fissures de CSC puis à leur propagation.

Suivant les interprétations, l'amorçage peut être une étape à part entière correspondant à l'apparition des premiers micromètres d'une fissure (taille inférieure à la taille de grains), ou bien encore être confondue avec l'étape de propagation lente de la fissure [Vaillant2001]. La notion d'amorce est une notion dont la définition peut varier avec les moyens de détections (par microscopie électronique à balayage de l'ordre de quelques micromètres ou par ultrasons sur site de l'ordre de 2 mm).

Le mode de fissuration d'un matériau peut être intragranulaire ou intergranulaire. La littérature atteste du mode intergranulaire de la fissuration des alliages à base de nickel en milieu primaire des REP ([Coriou1959], [Was1992], [Vaillant1999] et [Alexandreanu2005]).

En 1971, les contrôles non-destructifs périodiques ont permis de détecter en Allemagne les premiers cas de fissuration dans l'Alliage 600 au niveau des générateurs de vapeur de REP à Obrigheim [Bioulac2004]. Les soudures en alliage à base de nickel n'ont été affectées que plus tardivement (après environ 100 000 heures de fonctionnement) à partir du milieu des années 90 et en plus faible nombre. Les principales zones du circuit primaire touchées sont [EPRI2007] :

- les soudures de type J-groove des barres du mécanisme de contrôle en tête de la cuve (Control Rod Drive Mechanism, CRDM), des barres d'instrumentation au pied de la cuve (Bottom Mounted Instrumentation), les drains du générateur de vapeur (Drain Nozzle) et les tuyauteries des branches chaudes (Hot Leg Nozzle) et de l'instrumentation du pressuriseur (Safe end nozzle et nozzle instrument),
- les soudures bimétalliques (pénétration totale) de la cuve du réacteur et des tuyauteries du pressuriseur,
- au niveau du générateur de vapeur avec les revêtements et les zones de transition de dudgeonnage.

Le nombre de cas de fissurations de tous les types de soudures en alliages à base de nickel par CSC a augmenté de manière exponentielle depuis les années 2000 (Figure 0-6) [EPRI2007]. La majorité des cas observés de fissuration par CSC concerne les soudures en Alliage 182 avec les premiers piquages dans le pressuriseur [LeCalvar2008].

Cependant, parmi les 300 cas de fissures recensés dans les soudures en alliage à base de nickel, seulement 3 cas concernent l'Alliage 82 [LeCalvar2008]. Le premier cas de fissuration de l'Alliage 82 a été signalé en 1995 sur la tranche B1 de la centrale nucléaire de Saint-Laurent (France). La fissure a été localisée dans la soudure du revêtement de la plaque tubulaire au pied du générateur de vapeur numéro 2. Le deuxième cas s'est produit en Octobre 2000 dans la centrale V. C. Summer (USA) dans une liaison bimétallique de type pénétration totale dans une zone reliée à la cuve. L'amorçage de la fissure s'est produit dans de l'Alliage 182, puis la fissure s'est propagée dans la zone en Alliage 82. Le troisième cas de fissuration de l'Alliage 82 a été signalé en 2004 dans les drains du générateur de vapeur du réacteur Ringhals 2 (Suède). Dans ce cas-ci, la soudure était entièrement en A82 [Efsing2005].

Les cas de fissurations cités précédemment dans l'Alliage 82 se sont produits dans des soudures qui n'avaient pas subi de traitement thermique de détensionnement (utilisé pour détensionner la zone affectée thermiquement l'acier faiblement allié par l'opération de beurrage). En France, les liaisons bimétalliques sont systématiquement traitées

thermiquement pour détensionner les composants à assembler. En cas de présences de défauts ou fissures, les soudures sont réparées ou refaites entièrement.

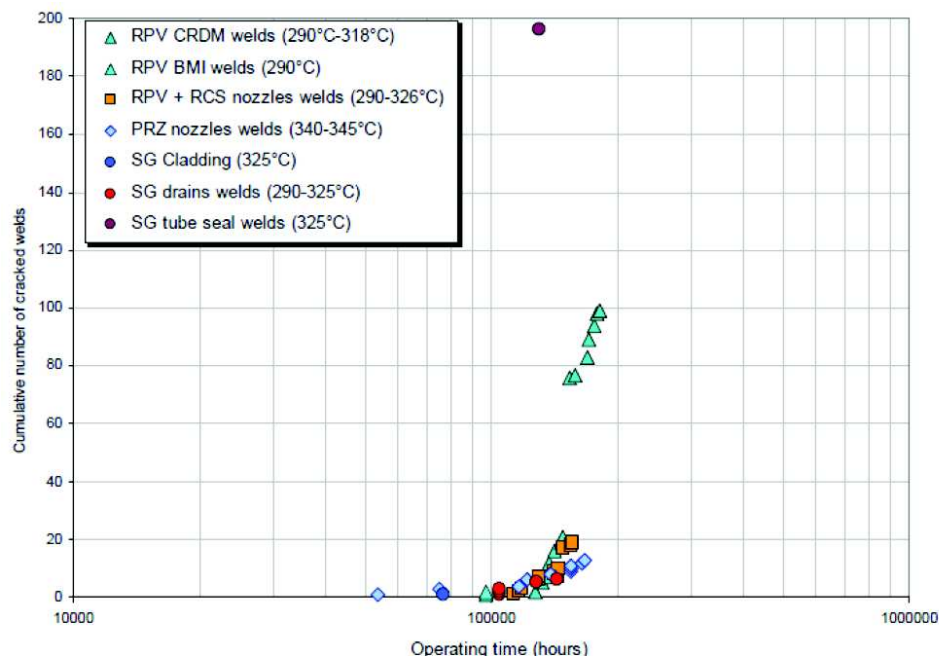


Figure 0-6 : Nombre cumulé de cas de fissuration de soudures en alliage à base de nickel de type pénétration totale (Butt welds) et de type J-groove en fonction du temps de fonctionnement ([Wehbi2014] d'après [EPRI2007])

En vue de l'augmentation de la durée d'exploitation du parc nucléaire français, les études menées sur les différents composants dans les REP sont approfondies afin d'anticiper les réparations ou les remplacements nécessaires pour la sûreté des installations.

De manière générale, le risque de fissuration par CSC des joints soudés en alliages 82 et 182 n'est pas clairement estimé à ce jour. L'amorçage et la propagation des fissures de CSC, dans ce type d'alliage, font encore l'objet de nombreuses études [Amazallag2001] [Pathania2002], [Scott2007]. D'un point de vue industriel, ces études contribuent à déterminer la périodicité des contrôles de l'état de santé des composants dans les réacteurs et sont un apport significatif à la compréhension des paramètres pilotant l'amorçage et la propagation des fissures de CSC.

C'est dans ce contexte que ce travail s'est orienté vers l'étude du comportement en CSC de l'Alliage 82 soudé, et particulièrement les paramètres influençant l'amorçage de fissures de CSC de cet alliage en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C.

Pour comprendre la problématique et avoir un aperçu des études qui ont déjà été menées sur le comportement des alliages à base de nickel dans les REP, une étude bibliographique non exhaustive fera l'objet du Chapitre I de ce manuscrit. Dans ce chapitre seront abordées les généralités du comportement des alliages à base de nickel en CSC, principalement en milieu primaire REP, mais également l'influence des différents paramètres liés à la CSC (matériau, environnement et sollicitation) sur le comportement des alliages à base de nickel en particulier. Y seront également reportées des études qui s'apparentent à la démarche utilisée pour notre étude, sur la caractérisation de plusieurs paramètres pour tenter d'expliquer, à une échelle plus locale, l'amorçage et la propagation des fissures de CSC.

Le Chapitre II est une présentation de l'alliage à base de nickel étudié, l'Alliage 82. Les moules de soudures et les éprouvettes d'amorçage utilisées (U-bend) seront présentés ainsi que les conditions de prélèvement et de mise en forme de ces dernières. Viendra ensuite une analyse de leur composition chimique ainsi que de leur microstructure du point de vue morphologique

et cristallographique. L'étude de la précipitation intragranulaire et intergranulaire sera également présentée.

Après cette description du matériau, le Chapitre III présentera les résultats obtenus à l'issue des essais d'amorçage en milieu de vapeur d'eau hydrogénée à 400°C. Les amorces de fissures localisées et caractérisées seront alors associées dans ce chapitre à la microstructure pour tenter d'identifier si un paramètre ou une association de paramètres microstructuraux (morphologie, cristallographie et/ou précipitation) pourrait expliquer l'amorçage des fissures.

En parallèle à la caractérisation microstructurale, une caractérisation mécanique avec l'étude des champs de déformation en surface et l'identification des champs de contrainte via une étude numérique sera corrélée aux sites d'amorçage de fissures et à la microstructure dans le Chapitre IV. Cette étude couplée entre état mécanique et microstructure à l'échelle des joints de grains sera une étude comparative entre des joints de grains fissurés et des joints de grains non fissurés dans l'optique de tenter d'apporter un éclairage mécanique au mécanisme d'amorçage de fissures par CSC.

Le dernier chapitre (Chapitre V) est une discussion de l'ensemble des résultats avec une confrontation de ces derniers avec les études bibliographiques. Il y sera également reporté les perspectives de recherche associées à ce travail.

# Chapitre I Etude bibliographique de la Corrosion Sous Contrainte (CSC) des alliages à base de nickel

De nombreuses études ont été menées sur l'ensemble des matériaux utilisés dans les REP afin d'anticiper leur comportement et de prévenir la fissuration de ces derniers dans les conditions nominales et accidentelles. Dans ce chapitre bibliographique, nous nous intéresserons aux études portant sur les alliages à base de nickel mais plus particulièrement à celles concernant le comportement des alliages à base de nickel soudés.

Après avoir abordé les généralités concernant le comportement des alliages à base de nickel soudés et non soudés, nous nous intéresserons à l'influence des paramètres liés à la CSC. La dernière partie sera consacrée aux études visant à améliorer la compréhension du comportement à l'amorçage ou à la propagation de fissures par CSC, en tenant compte de la caractérisation de la microstructure et du comportement mécanique.

## I.1 Généralités sur le comportement en CSC des alliages à base de nickel

Depuis Coriou *et al.* [Coriou1959], un grand nombre d'études a concerné les alliages à base de nickel en milieu primaire REP et notamment l'Alliage 600, qui est l'un des premiers alliages à base de nickel utilisé dans les circuits primaires. En raison de l'apparition plus tardive des fissures de CSC dans les soudures en alliages à base de nickel, ce n'est que depuis le début des années 90 que des études concernant les alliages à base de nickel soudés sont entreprises, notamment sur les alliages 82 et 182, [Mullen1992] [Buisine1994].

La CSC est un phénomène complexe faisant intervenir plusieurs paramètres simultanément. Ces paramètres sont directement liés aux trois facteurs contribuant à la dégradation du matériau par CSC (Figure 0-4), soit :

- l'influence des paramètres métallurgiques de l'alliage (composition chimique, microstructure, sens de prélèvement des éprouvettes, etc...),
- l'influence du milieu corrosif (température, pression partielle d'hydrogène dans le milieu, chimie, pH, etc...),
- l'influence de l'état de contrainte mécanique (solicitation mécanique, présence de contraintes résiduelles).

Les études visant à comprendre le comportement en CSC des alliages à base de nickel A600/A690 et A182/A82 ont révélé des similitudes et des différences, explicitées dans ce chapitre. Des informations concernant la couche d'oxyde formée en surface de ces alliages sont également décrites.

### I.1.1 La couche d'oxyde

Tout d'abord, les études de la corrosion des métaux commencent par la caractérisation de la couche d'oxyde formée en leur surface au cours des essais en milieu. En effet, la formation de cette couche est la première étape intervenant pendant la période d'incubation du mécanisme de CSC. Certains auteurs, comme Marchetti [Marchetti2010], étudient particulièrement la formation de cette couche ainsi que son évolution au cours du temps d'exposition en milieu corrosif. Le but de ces études est d'améliorer le plus précocement possible la tenue à la ruine du matériau, qui débute par la rupture de la première barrière que constitue la couche d'oxyde. La caractérisation de ces couches permet d'identifier à la fois leur morphologie et leur composition chimique. Il a été observé dans la littérature ([Marchetti2010]

et [Panter2006]) que les couches d'oxyde sont similaires quelles que soit la nature des alliages à base de nickel, soudés ou non soudés. Elles sont constituées (Figure I-1) :

- d'une couche externe discontinue et non-compacte composée de cristallites dont la taille varie entre quelques dizaines de nanomètres et quelques micromètres, et pouvant se présenter sous différentes formes : plaquettes, pyramides, filaments ou aiguilles,
- d'une couche interne continue et compacte parfois composée de plusieurs sous-couches.

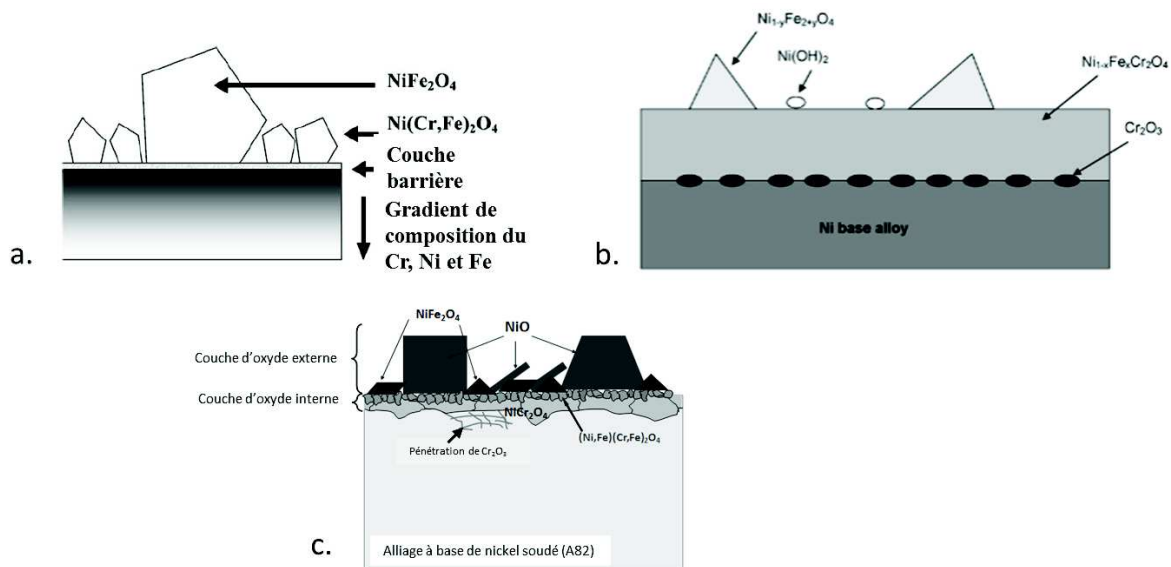


Figure I-1 : Schéma des couches d'oxyde duplex observées sur l'Alliage 600 en milieu primaire à 360°C par Panter et al. [Panter2006] (a.), sur l'Alliage 690 en milieu primaire à 325°C par Marchetti et al. [Marchetti2010] (b.) et sur l'Alliage 82 en milieu primaire à 340°C par Chaumon et al. [Chaumon2012] (c.)

Le tableau donné en annexe 1 propose une synthèse des couches d'oxydes observées en surface des alliages à base de nickel en milieu primaire REP et en milieu vapeur d'eau hydrogénée.

Les auteurs s'accordent sur la présence d'une couche externe composée de cristallites de type spinelles riches en nickel et en fer :  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ . Les observations montrent qu'il existe deux populations de cristallites en termes de taille : des petits cristallites faisant quelques dizaines de nanomètres et des gros cristallites faisant plusieurs centaines de nanomètres et pouvant aller jusqu'à 3  $\mu\text{m}$ . Delabrouille et al. [Delabrouille2005] et Dozaki et al. [Dozaki2010] ont mis en évidence la formation de filaments d'oxyde riches en nickel dont la présence dépend de la teneur en chrome du matériau d'après Delabrouille et al. ou de la pression d'hydrogène dans le milieu d'après Dozaki et al.. Ces filaments d'oxyde sont principalement composés de nickel et sont soit de type  $\text{NiO}$  ou  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  [Marchetti2010], soit de type  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  [Delabrouille2005].

La couche d'oxyde interne est, quant à elle, riche en chrome. Elle est généralement décrite comme double avec une partie externe de type chromite mixte de fer et de nickel  $\text{Ni}(\text{Fe,Cr})_2\text{O}_4$  et une partie interne de type  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  (annexe 1). Cette dernière est parfois présente sous forme de nodules [Marchetti2010]. La formation de cette couche peut entraîner, selon certains auteurs, un appauvrissement en chrome dans le substrat proche de cette dernière sur une épaisseur de plusieurs nanomètres ([Delabrouille2005], [Panter2006] et [Dozaki2010]).

Un milieu de vapeur d'eau ultra-pure hydrogénée à 400°C est utilisé dans le but d'accélérer l'amorçage de fissures par CSC tout en gardant les mêmes mécanismes d'amorçage et de propagation [Buisine1994] [Jacko2003] [Economy1987]. C'est ce milieu qui a été choisi pour notre étude. Une comparaison des couches d'oxydes formées sur des coupons en Alliage 82

exposés en milieu primaire nominal à 340°C et en milieu vapeur d'eau à 400°C avec 0,7 bar de pression partielle d'hydrogène sur les alliages à base de nickel soudés (A82) a été réalisée par Chaumun *et al.* [Chaumun2012]. La comparaison des couches a mis en évidence, dans les deux cas, la formation d'une couche d'oxyde duplex avec une couche externe discontinue, composée de cristallites d'oxyde enrichis en fer et en nickel, et une couche interne continue enrichie en chrome. Cependant, certaines différences ont été observées (Figure I-2). En effet, la couche interne est de type chromite mixte  $\text{Ni(Fe,Cr)}_2\text{O}_4$  dans le milieu primaire alors qu'elle est à dominance chromine  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  dans le milieu vapeur d'eau hydrogénée. Par ailleurs, la présence d'oxyde externe de type  $\text{NiO}$ , soit sous la forme de filaments ou de gros cristallites, n'a été observée que dans le cas du milieu primaire. Notons de plus que des pénétrations d'oxyde riches en chrome ont été observées le long des joints de grains de l'alliage [Chaumun2012].

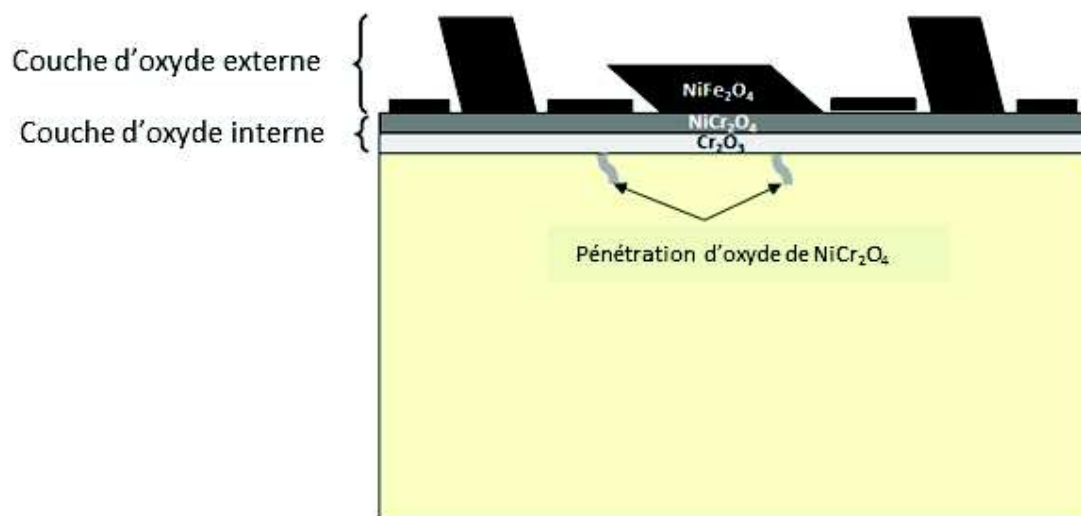


Figure I-2 : Schéma de la couche duplex observée en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C sur l'Alliage 82 par Chaumun *et al.* [Chaumun2012]

### I.1.2 Les similitudes et différences de comportement en CSC des alliages à base de nickel soudés et non soudés

A la suite des caractérisations de la couche d'oxyde, les études se tournent vers la compréhension des mécanismes d'amorçage et de propagation des fissures. Pour cela, des essais en laboratoire en milieu primaire entre 285°C et 360°C ou en milieu de vapeur d'eau à 400°C sont mis en œuvre tels que :

- pour l'étude de l'amorçage : des essais de traction avec pilotage du déplacement ou de la contrainte ; des essais à chargement constant pour les essais de fluage ou à chargement cyclique pour les essais de fatigue, ainsi que des essais statiques à déformation imposée à l'aide d'éprouvettes de type U-bend ou RUB (Figure I-3) [Economy1987] [Richey2005] [Vaillant2005],
- pour l'étude de la propagation : des chargements cycliques ou monotones sont principalement appliqués sur des éprouvettes CT (Compact Tension) (Figure I-4) instrumentées ou non d'un suivi électrique qui permet de mesurer in-situ la chute de potentiel, qui est corrélée à la vitesse d'avancée de la fissure de CSC [Mills2003].



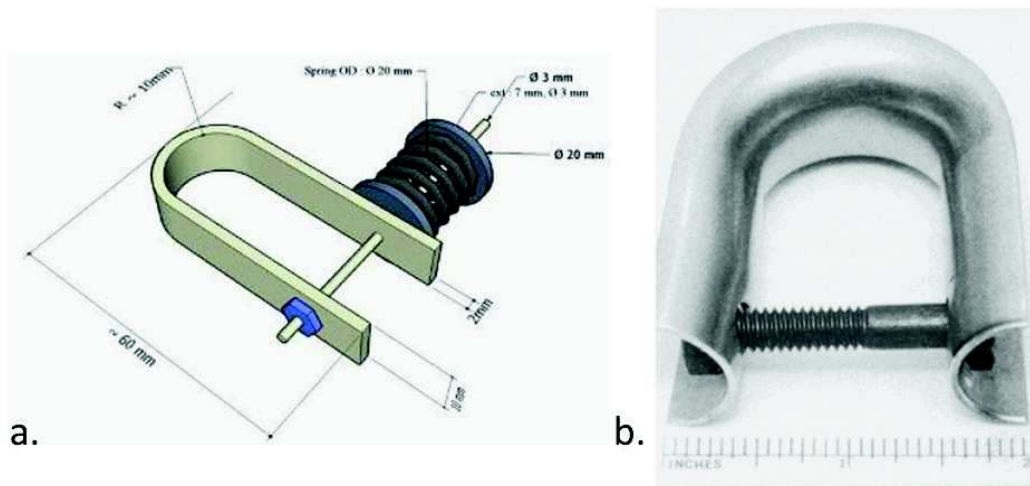


Figure I-3 : Schéma (a.) d'une éprouvette U-bend munie d'un ressort pour maintenir la sollicitation durant toute la durée de l'essai [Calonne2010], (b.) photographie d'éprouvette RUB (Reverse U-Bend) [Economy1987]

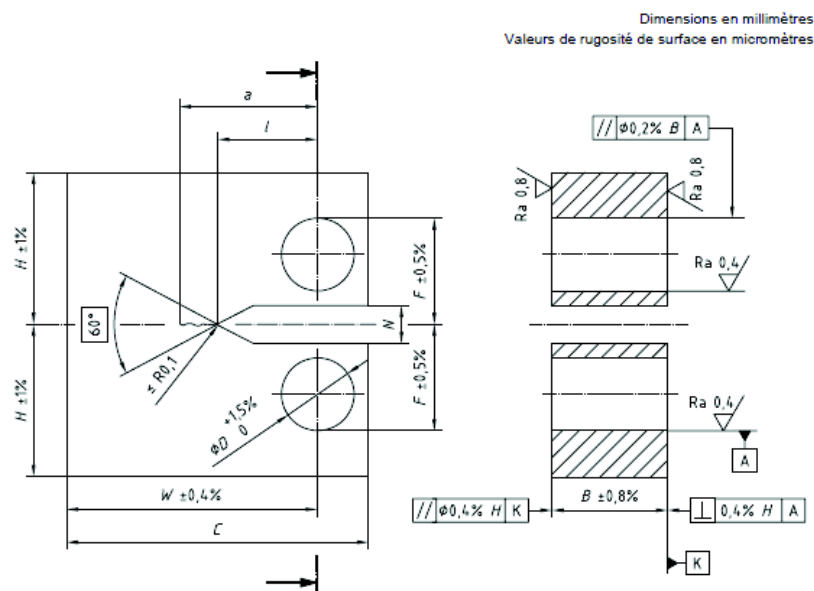


Figure I-4 : Schéma d'une éprouvette CT [Helie2003]

De manière générale, le mécanisme d'amorçage et de propagation des fissures de CSC est thermiquement activé.

Les essais d'amorçage et de propagation ont mis en évidence une fissuration majoritairement intergranulaire ([Alexandreanu2005] [Paraventi2005] [Scott2005] et [Vaillant2006]). Les énergies d'activation apparente d'amorçage ont été déterminées à partir des essais d'amorçage. Fyfitich [Fyfitich2012] propose un intervalle d'énergie apparente d'amorçage compris entre 188 et 230 kJ/mol. Ce résultat est basé sur une compilation d'analyses effectuées par plusieurs équipes et pour lesquelles les méthodes d'essais peuvent varier. Cependant, d'autres auteurs ([Amzallag2001], [Pathania2002] et [Vaillant2005]) s'accordent sur la valeur moyenne de 185 kJ/mol.

Les temps à l'amorçage mis en évidence pour l'Alliage A600 sont plus faibles que ceux révélés par les alliages à base de nickel soudés A82 et A182 [Economy1987] [Buisine1994] [Richey2005] [Dozaki2010]. En effet, Economy *et al.* ont mis en évidence des temps à l'amorçage de l'A600 en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C inférieurs à 1000h tandis que Dozaki *et al.* (320°C) et Richey *et al.* (360°C) ont mis en évidence des temps à l'amorçage

de l'Alliage 600 en milieu primaire inférieurs à 2000h et 4000h, respectivement. En comparaison, les temps à l'amorçage des alliages 82 ont été estimés à 6500h pour l'A82 par Buisine *et al.* [Buisine1994] sur des éprouvettes RUB testées en milieu primaire REP à 360°C (1000 ppm B, 2 ppm LiOH, conditionné à 125°C avec 4 bar de pression d'hydrogène). Dans ces mêmes travaux, une exception a été observée sur une éprouvette RUB en Alliage 82 avec un temps à l'amorçage de 2000h. Des différences du temps à l'amorçage ont également été observées entre les alliages 182 avec des temps à l'amorçage pouvant être 6 à 10 fois plus élevés pour les A82 que pour les A182 en milieu primaire à 360°C [Boursier2005] [Richey2005] [Vaillant2006].

Les efforts de recherche se sont surtout focalisés sur la caractérisation des essais de propagation des fissures de CSC et la détermination de leur vitesse de propagation. Comme écrit précédemment, ces vitesses peuvent être déterminées à l'aide d'un dispositif électrique installé pour la durée de l'essai et qui mesure la chute de potentiel liée à l'avancée de la fissure, ou bien directement d'après l'observation des faciès de rupture et la connaissance de la durée de l'essai. Avec les observations des faciès, la vitesse moyenne est estimée à partir de la distance du front de fissuration pour les alliages A600 et à partir de la fissure la plus longue pour les faciès des alliages 82 et 182. Les auteurs s'accordent tout de même sur une valeur moyenne d'énergie d'activation apparente de propagation de fissures à 130 kJ/mol ([LeHong2001a], [Pathania2002], [Vaillant2001] et [Vaillant2005]). Une synthèse des vitesses de propagation mesurées par différentes équipes est proposée par l'EPRI [EPRI2002] pour les alliages 82/182/13282 et 132 pour les valeurs maximales sur la Figure I-5 et les valeurs moyennes la Figure I-6. Sur ces figures, la vitesse de propagation des fissures est reportée en fonction du facteur d'intensité des contraintes. Une forte dispersion des résultats est ainsi mise en évidence avec des écarts de plusieurs ordres de grandeur [EPRI2002] [Mullen1992] [Mills2003] [Mills2005] [Guerre2011].

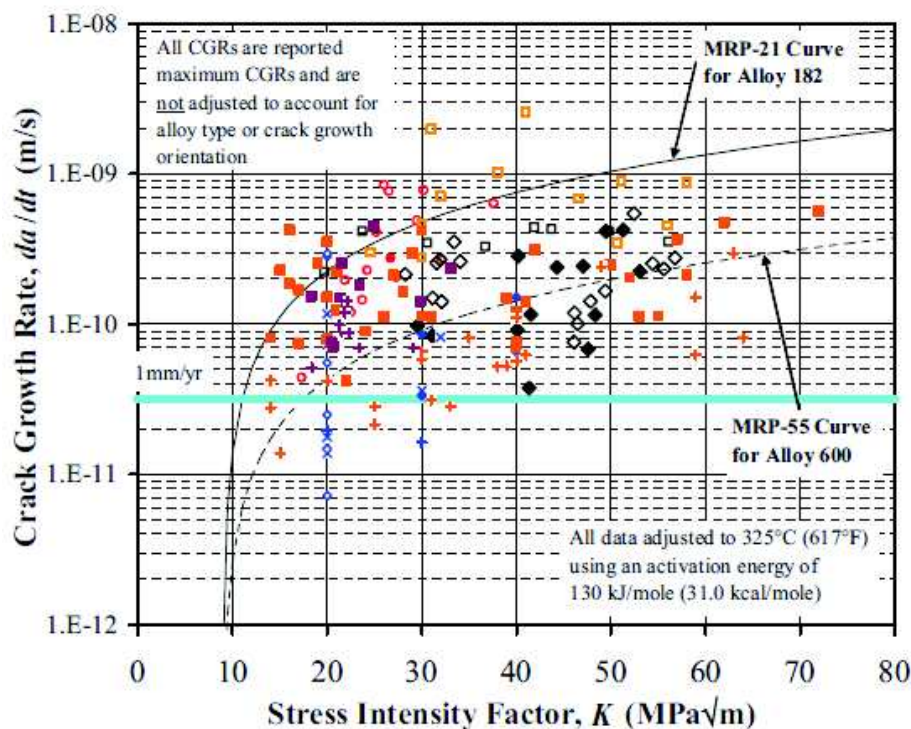


Figure I-5 : Vitesses de propagation maximales des fissures en fonction du facteur d'intensité des contraintes des Alliages 82, 182 et 132 (également un alliage à base de nickel soudé) à 325°C (ligne bleue correspondant à une vitesse de 1mm/an) ([White2005] d'après [EPRI2002]).



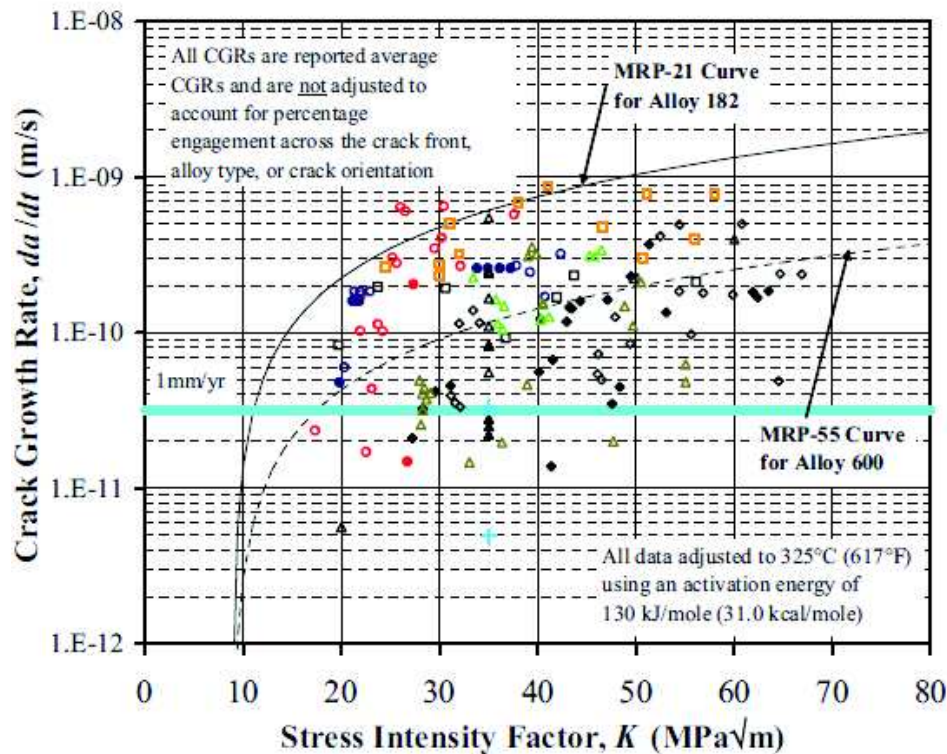


Figure I-6 : Vitesses de propagation moyennes des fissures en fonction du facteur d'intensité des contraintes des Alliages 82, 182 et 132 (également un alliage à base de nickel soudé) à 325°C (ligne bleue correspondant à une vitesse de 1mm/an) ([White2005] d'après [EPRI2002]).

Les figures précédentes révèlent une dispersion des vitesses de propagation en milieu primaire à 325°C pour ces alliages de  $1 \times 10^{-11}$  m/s à  $1 \times 10^{-9}$  m/s pour des facteurs d'intensité des contraintes variant de 20 MPa√m à 70 MPa√m.

Ces dispersions de vitesses de propagation des fissures de CSC observées sur les alliages à base de nickel soudés nous amènent à nous interroger sur leurs origines. La première raison pourrait être expliquée par les conditions de mesures des vitesses de propagations qui ne sont pas identiques pour l'ensemble des équipes avec l'utilisation soit de la méthode de suivi électrique, soit de la méthode de mesure par observation des faciès de rupture suivant la longueur moyen ou maximale des fissures [Pathania2002]. La deuxième raison, non négligeable, met en cause les alliages à base de nickel soudés eux-mêmes et leur microstructure résultant de la solidification de l'alliage. En effet, pendant le refroidissement lors de l'opération de soudage, la microstructure se solidifie en grains colonnaires composés de paquets de dendrites faiblement désorientées les unes par rapport aux autres. Cette microstructure est anisotrope et présente des tailles de grains qui peuvent être de plusieurs millimètres ([Couvant2011] [Chaumun2015]). Ce type de microstructure est différent de celui observé sur les alliages 600 qui présentent des microstructures plutôt composées de grains équiaxes. Les Figure I-7 et Figure I-8 permettent de faire une comparaison entre la microstructure à grains équiaxes de l'A600 et à grains colonnaires dendritiques de l'A82, respectivement.

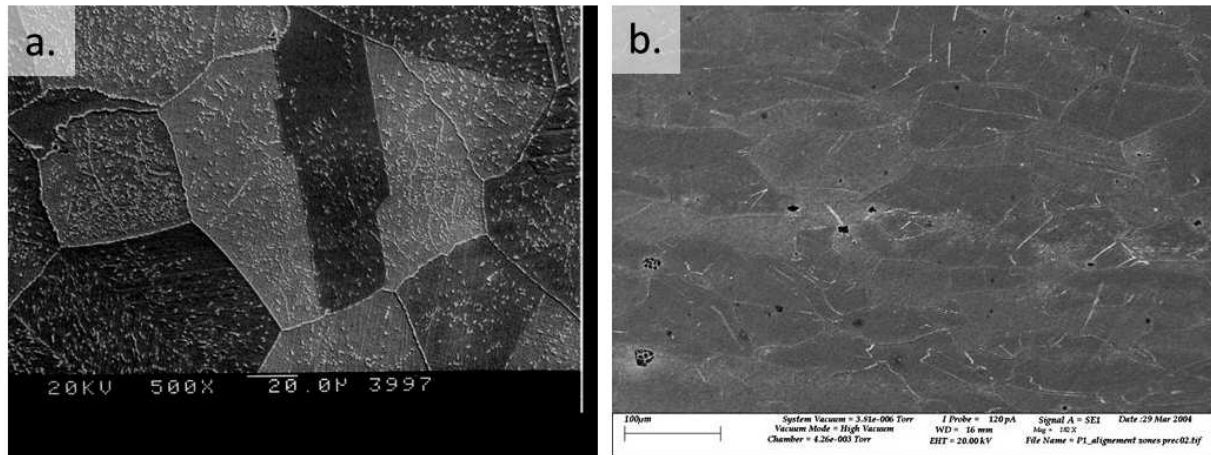


Figure I-7 : Observations au MEB de la microstructure de l'A600 révélée après attaque chimique par une solution de brome-méthanol, (a) [Lee2001] et (b) [Guerre2004]

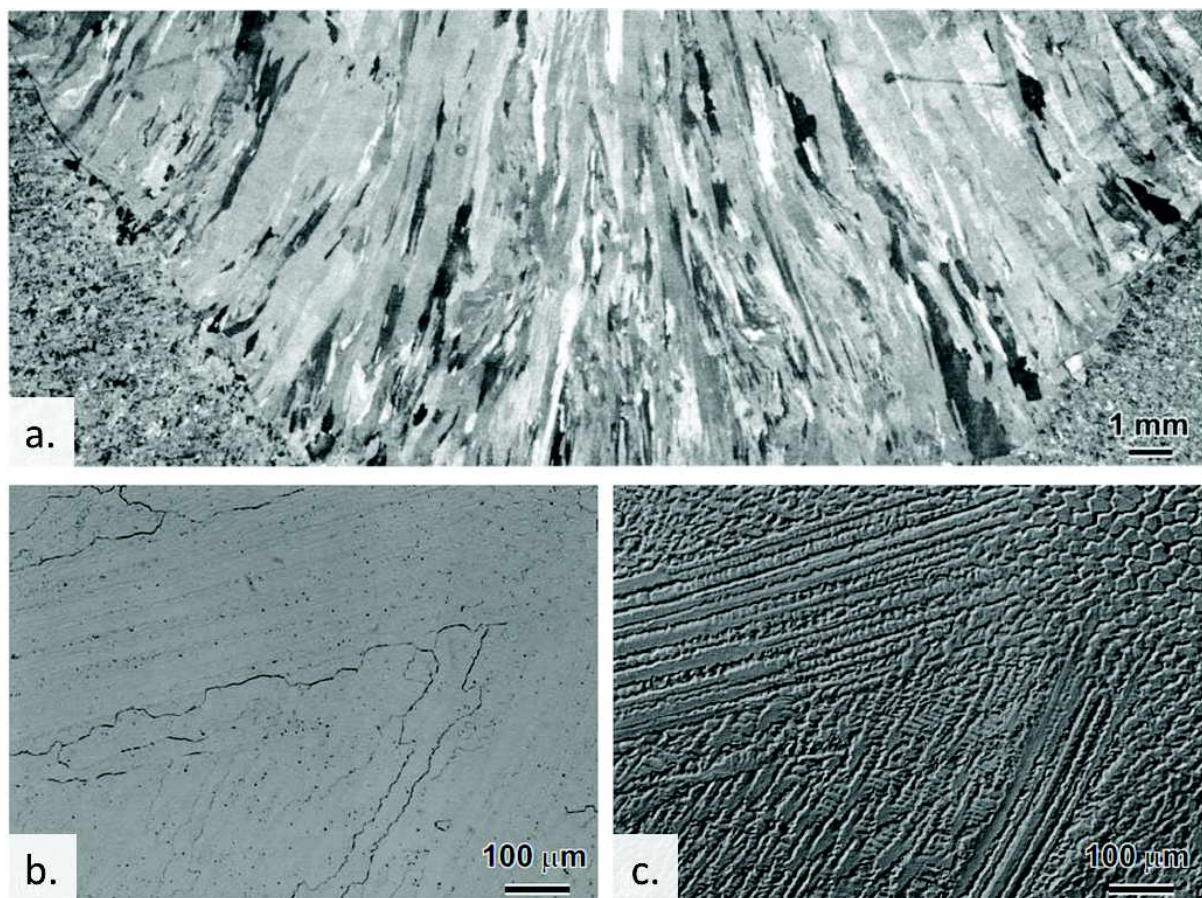


Figure I-8 : Observation macroscopique transverse de la microstructure de grains colonnaires d'un A82 soudé (a.), observation microscopique des dendrites qui composent la structure colonnaire de l'A82 révélant les joints de dendrites et la précipitation intergranulaire (b.) et une observation de la même zone (c.) en contraste noir révélant les zones dendritiques et des espaces interdendritiques par microscopie optique [Brown2005]

L'anisotropie de la microstructure colonnaire dendritique influence probablement le comportement en CSC des alliages soudés. Par ailleurs, la taille macroscopique des grains colonnaires induit un Volume Élémentaire Représentatif (VER) de l'ordre de quelques  $\text{cm}^3$ , volume qui est supérieur au volume des éprouvettes utilisées pour les essais d'amorçage ou de propagation par CSC. Mills [Mills2003] [Mills2005] a constaté une différence de vitesse de propagation d'un facteur 2 à 5 entre des éprouvettes provenant d'un même moule de soudure



et des dispersions d'un facteur 10 lors de la comparaison de la vitesse de propagation d'un même alliage à base de nickel mais provenant de moules différents.

Le type de soudage et les paramètres utilisés pour la réalisation des moules de soudure peuvent ne pas être identiques dans l'ensemble des études reportées par l'EPRI [EPRI2004] [Pathania2002]. Les paramètres de soudage peuvent influencer la microstructure, ce point sera discuté dans le paragraphe II.1.2.

De plus, les compositions chimiques des métaux déposés, notamment les taux de carbone et de chrome, peuvent ne pas être identiques entre les différents alliages à base de nickel soudés étudiés, ce qui entraîne des différences significatives sur la distribution et la localisation des précipités [Sennour2013]. Ces diverses sources d'hétérogénéités expérimentales, conséquence des diverses histoires thermomécaniques subies, se traduisent donc par des microstructures variées caractérisées par des taux de couverture de précipités différents.

La différence de composition chimique (Tableau 0-2) et de microstructure entre les alliages à base de nickel de type A600 et les alliages à base de nickel soudés de type A182 et A82 implique des différences de comportement en CSC, notamment en ce qui concerne la vitesse de propagation et les temps à l'amorçage. Ces conclusions ne permettent donc pas d'appliquer aux métaux soudés, A182 et A82, les modèles empiriques proposés par Scott [Scott2001] basés sur le retour d'expérience acquise sur les alliages 600 et visant à estimer le temps à rupture des alliages à base de nickel. Il est donc nécessaire de procéder au même plan d'expériences pour déterminer les paramètres pertinents pour chacun des matériaux utilisés. Les différents paramètres influençant le comportement des alliages à base de nickel soudés seront explicités dans les paragraphes suivants.

## **I.2 Influence des paramètres « matériaux », environnement et mécanique sur le comportement en CSC des alliages à base de nickel soudés**

### **I.2.1 Influence du matériau**

En France, le choix des matériaux utilisés dans la réalisation d'installations nucléaires de type REP est réglementé et doit respecter les normes édictées par le code RCC-M (Règles de Conception et de Construction des Matériels mécaniques des îlots nucléaires des REP) [AFCEN2012]. Il existe tout de même une certaine variabilité entre les matériaux utilisés du fait de l'amplitude des spécifications permises, que ce soit au regard de la composition chimique, des procédés de mise en forme ou des procédures des traitements thermomécaniques utilisés. Comme il a été vu précédemment, la microstructure anisotrope des alliages à base de nickel soudés semble avoir une influence non négligeable sur le comportement en CSC [Scott2007] [Chaumun2015]. Par conséquent, le temps à l'amorçage et/ou la vitesse de propagation des fissures dans les alliages à base de nickel soudés sont donc sujets à de nombreuses variations paramétriques qui font l'objet de l'étude bibliographique ci-dessous.

#### **I.2.1.1 Sens de prélèvement des éprouvettes**

La microstructure des Alliages 82 et 182 est une microstructure complexe et anisotrope, consistant en des grains colonnaires composés de paquets de dendrites faiblement désorientées les unes par rapport aux autres [Vaillant2006]. C'est pourquoi les différentes directions de prélèvement des éprouvettes vis-à-vis des paramètres morphologiques doivent être définies (Figure I-9). L'axe principal de croissance des dendrites est perpendiculaire à la direction du dépôt du cordon (axe noté S), ce qui implique que les grains présentent une morphologie très anisotrope dans les plans TS et LS tandis que dans le plan TL, les grains apparaissent plus équiaxes [Chaumun2015].

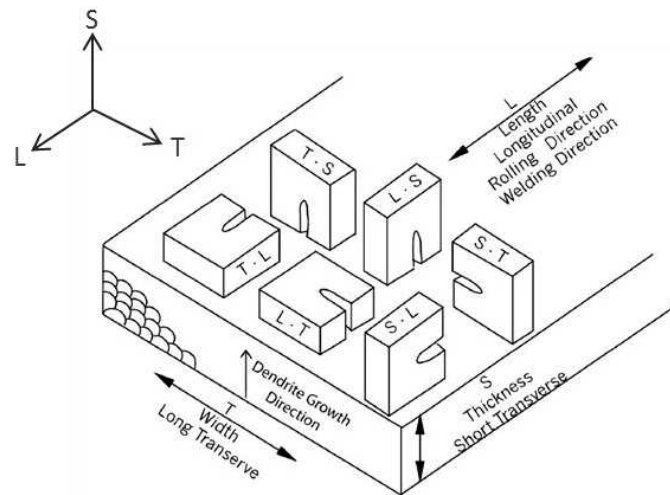


Figure I-9 : Sens de prélèvement des éprouvettes CT suivant la direction de soudage L, la largeur de la soudure T et l'épaisseur de la soudure S [White2005]

La microstructure atypique des alliages soudés peut conduire à l'obtention d'une forte dispersion des résultats que ce soit en amorçage ou en propagation du fait de l'orientation privilégiée des grains ([Amzallag2001], [Scott2005]).

Toutefois, il a été observé que, quelle que soit la direction de prélèvement l'amorçage et la propagation des fissures par CSC sont préférentiellement perpendiculaires à l'axe de sollicitation des éprouvettes favorisant ainsi le mode I d'ouverture des joints de grains [Scott2015] [Wehbi2014] [Chaumun2015]. En effet, Scott *et al.* [Scott2005] ont réalisé des essais de CSC à l'aide de capsules prélevées dans des soudures en A182 (Figure I-10). Ces essais ont mis en évidence un amorçage des fissures intergranulaires lorsque le sens de croissance des dendrites est perpendiculaire à la sollicitation principale.

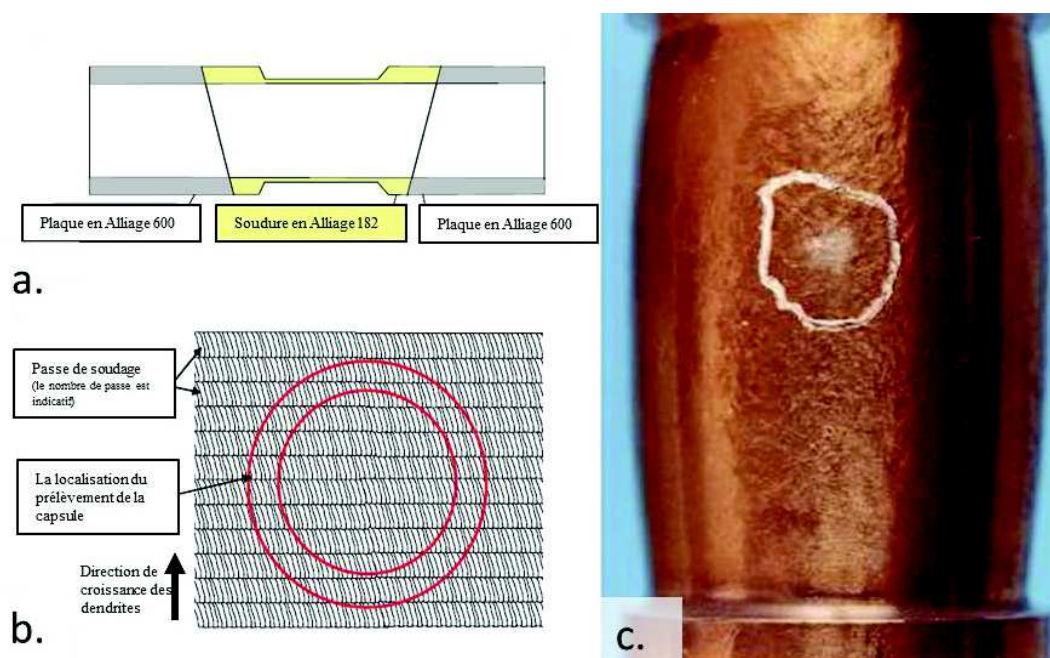


Figure I-10 : (a.) Schéma de la coupe longitudinale d'une capsule prélevée dans une soudure en A182, (b.) schéma de la coupe transversale de la capsule et (c.) vue macroscopique d'une capsule après essai de CSC en milieu primaire sous une sollicitation de pression interne [Scott2005]

L'influence du sens de prélèvement des éprouvettes sur le front de propagation est d'autant plus explicite que celui-ci ne présente pas de front de propagation homogène aussi bien pour

un même sens de prélèvement (Figure I-11) que pour des sens de prélèvement différents (comparaison entre les Figure I-11 et Figure I-12) ([Mills2005] [Vaillant2005] [Garcia2006] [Jenssen2006] [Guerre2011]). Le front de propagation est intergranulaire et composé de ligaments de propagation de fissures de CSC qui sont observables sur les Figure I-11 et Figure I-12. Sur ces figures, les zones oxydées correspondent aux zones de décohésion par CSC des éprouvettes CT ouvertes par fatigue après essai. Ce type de front de propagation irrégulier de fissures de CSC est différent pour un même alliage suivant le sens de prélèvement (TS) ce qui semble être une explication de la dispersion des vitesses de propagation constatée dans la littérature.

Les études concernant l'influence du sens de prélèvement sur la vitesse de propagation des dendrites révèlent une vitesse plus élevée lorsque les éprouvettes sont prélevées suivant le plan TS (plan de fissuration parallèle au sens de croissance des grains dendritiques (Figure I-11)) vis-à-vis du plan TL (plan de fissuration perpendiculaire au sens de croissance des grains dendritiques (Figure I-12)) [Mills2005] [Vaillant2006]. Cette vitesse de propagation dans le plan TS vis-à-vis du plan TL peut être 2 à 5 fois plus élevée d'après [LeHong2001a], [Paraventi2005], [Vaillant2005] et [Garcia2006] et 5 à 10 fois plus élevée d'après [Pathania2002] pour les alliages à base de nickel soudés 182 et 82. Notons de plus, un effet accélérateur d'une sollicitation dynamique, comme un chargement trapézoïdal (chargement-déchargement toutes les heures avec  $R=0,9$  à une fréquence de  $2,8 \times 10^{-4}$  Hz), vis-à-vis d'une sollicitation statique [Vaillant2005].

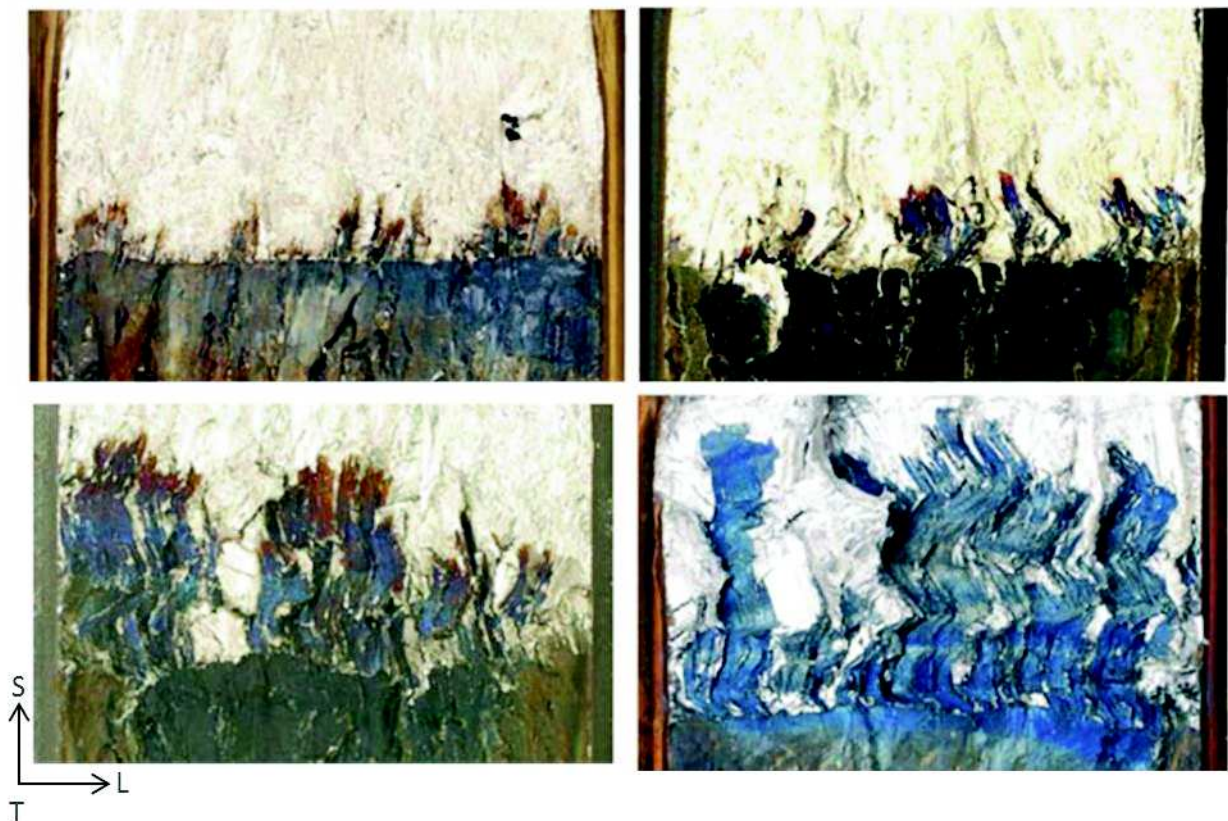


Figure I-11 : Faciès de rupture d'éprouvette CT en Alliage 82H (composition chimique semblable à l'A82 mais avec un taux de carbone  $>0,3\%$ ) après essai de propagation en milieu primaire à  $338^{\circ}\text{C}$ , la direction de propagation est parallèle au sens de croissance des dendrites (TS, Figure I-9) et sont composées d'amorces localisées de CSC réparties de façon hétérogène le long du front de pré-fissuration [Mills2005]



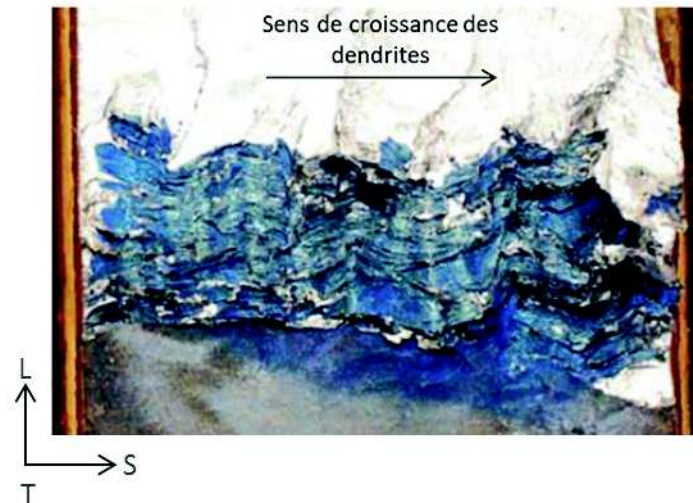


Figure I-12 : Front de propagation de fissure dans une éprouvette CT en Alliage 82H (composition chimique semblable à l'A82 mais avec un taux de carbone  $>0,3\%$ ) après essai de propagation en milieu primaire à  $338^{\circ}\text{C}$  sur une éprouvette prélevée dans le sens TL (Figure I-9) [Mills2005]

### I.2.1.2 Composition chimique

Parmi les éléments d'addition entrant dans la composition des alliages à base de nickel soudés, ce paragraphe s'intéressera plus particulièrement à l'influence des teneurs en chrome et en carbone car ces éléments jouent un rôle primordial dans la précipitation intragranulaire et intergranulaire [Vaillant2006].

Dans la littérature, il a été observé que l'accroissement de la teneur en chrome augmentait le temps à rupture des alliages à base de nickel [Yonezawa1988]. Cette observation a été confirmée sur les alliages à base de nickel soudés par Was [Was1992] et par Buisine *et al.* [Buisine1994] en milieu primaire REP à  $360^{\circ}\text{C}$  et en vapeur d'eau hydrogénée à  $400^{\circ}\text{C}$ .

D'autre part, une différence de tenue à la CSC a été mise en évidence entre l'Alliage 82 et l'Alliage 182 ([Amzallag2001], [Pathania2002] [Scott2007]). En effet, il a été observé un temps à l'amorçage 4 à 10 fois plus élevé pour l'Alliage 82 (teneur en chrome comprise entre 18% et 22%) que pour l'Alliage 182 (teneur en chrome comprise entre 14% et 18%) en milieu primaire à  $360^{\circ}\text{C}$ .

En ce qui concerne l'influence de la teneur en carbone, certains auteurs ont mis en évidence une diminution du taux de fissuration avec l'augmentation de la teneur en carbone. Was [Was1992] a observé une diminution du taux de fissuration de 20% à 0% (fraction de la zone de fissuration intergranulaire par rapport à la taille du faciès de rupture de l'éprouvette de traction) avec une augmentation de la teneur en carbone de 0,005% massique à 0,01% massique en milieu eau à  $360^{\circ}\text{C}$ . Mullen et Parrigton [Mullen1992] ont également observé cette tendance avec une diminution notable du taux de fissuration cumulé lorsque l'on augmente la teneur en carbone d'une teneur inférieure à 0,3% massique à une teneur supérieure à 0,3% massique (Figure I-13).

## Effect of EN82 Carbon Content

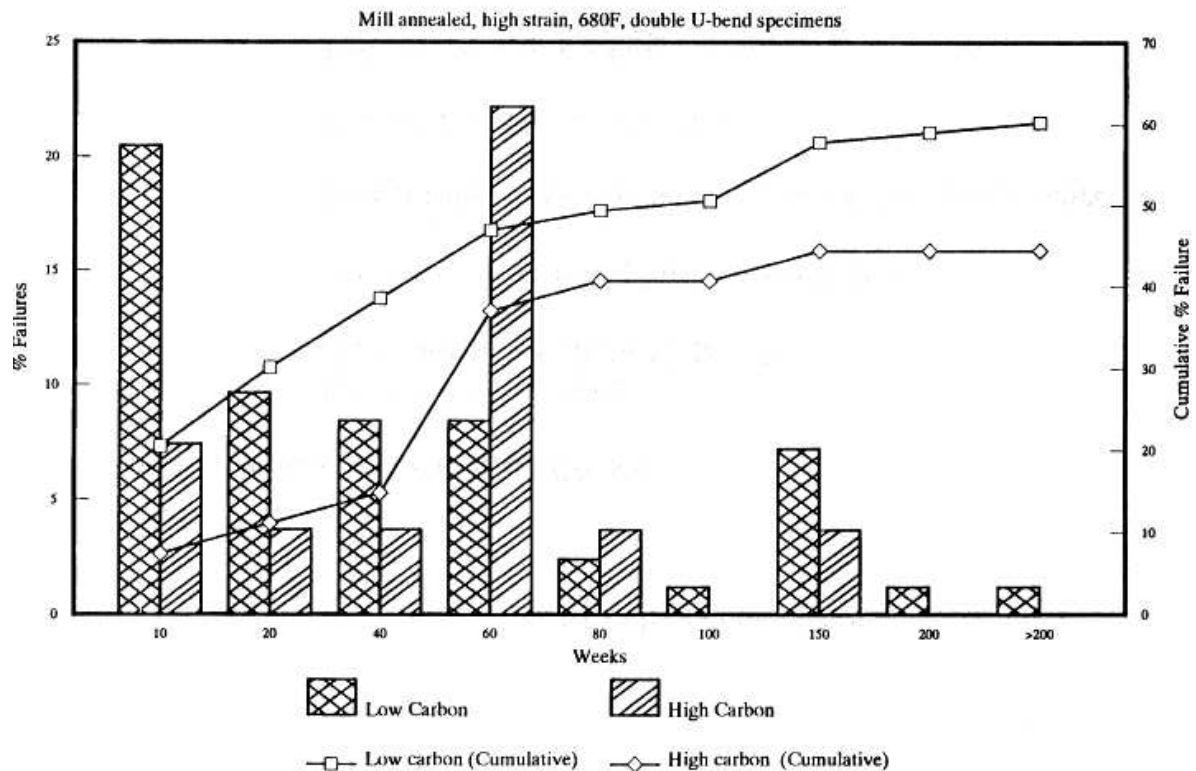


Figure I-13 : Tenue en CSC de l'Alliage 82 avec une teneur faible en carbone  $<0,3\%$  (low carbon) et une teneur élevée en carbone  $\geq 0,3\%$  (high carbon) en fonction du temps en milieu primaire REP à  $360^{\circ}\text{C}$  [Mullen1992]

D'autres éléments d'addition ont fait l'objet d'études concernant la tenue en CSC. Certaines de ces études ont observé le lien entre la tenue des alliages soudés en CSC et la sensibilité de ces alliages à la fissuration à chaud faisant intervenir principalement les teneurs en carbone et en silicium [Amzallag2001] [Calonne2010]. Calonne *et al.* [Calonne2010] ont mis en évidence que la sensibilité à l'amorçage de fissures par CSC des alliages à base de nickel A182 en milieu primaire à  $320^{\circ}\text{C}$  ne pouvait pas être directement corrélée à la sensibilité de ces mêmes alliages à la fissuration à chaud. En revanche, Amzallag *et al.* [Amzallag2001] reportent dans leurs travaux que les éprouvettes U-bend en A182 sensibles à la fissuration à chaud et testées en milieu primaire à  $330^{\circ}\text{C}$ , présentaient une sensibilité à l'amorçage de fissures par CSC d'autant plus élevée que leurs teneurs en carbone (0,089%) et en silicium (0,79%) étaient élevées. Il semblerait donc que le lien entre la tenue en CSC et la sensibilité à la fissuration à chaud ne soit pas encore clairement établi.

Les teneurs en niobium ou en titane ont un effet sur la précipitation aux joints de grains. Ces éléments chimiques s'associent, en effet, avec le carbone pour former des carbures. Les études portées par l'EPRI [EPRI2004] montrent que la formation de ces carbures aux joints de grains permet d'améliorer la tenue en CSC des alliages à base de nickel soudé et, en particulier, le temps à l'amorçage des fissures. En revanche, il a été observé pour certains alliages, comme l'Alliage 182 étudié par Vaillant *et al.* [Vaillant2006] [Vaillant2007], un effet néfaste de la présence des carbures de niobium de taille micrométrique aux joints de grains en milieu primaire à  $360^{\circ}\text{C}$  tandis que les carbures de niobium nanométriques et les carbures de type  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  ont un effet bénéfique sur la tenue à la CSC.

La composition chimique semble donc jouer un rôle non négligeable du point de vue de la CSC sur le comportement des alliages à base de nickel soudés avec le rôle de la précipitation intergranulaire qui semble être du premier ordre.



### **I.2.1.3 Etat métallurgique**

Dans les REP, un traitement thermique de détensionnement autour des soudures est réalisé après l'opération de soudage pour détensionner les composants adjacents et en particulier l'acier bas carbone de la cuve ([Hanninen2006], [EPRI2004], [Scott2007] et [Amzallag2001]). La température de ce traitement est généralement comprise entre 600°C et 620°C [EPRI2004]. Cependant, il a été observé que ce traitement thermique de détensionnement avait une influence significative sur le comportement en CSC des alliages à base de nickel soudés et qu'il permettait également la diminution des contraintes résiduelles dans ces soudures [Vaillant2006] [EPRI2004]. En effet, lors des retours d'expérience sur le parc [EPRI2007], l'ensemble des fissures sont observées dans les soudures en alliages à base de nickel de type A82 et A182 qui n'ont pas subi de traitement thermique de détensionnement ou qui ont subi des réparations ultérieures.

D'autre part, les essais en laboratoire ont révélé, pour les alliages 82 et 182, une amélioration de la tenue à la CSC à la fois au niveau de l'amorçage et de la propagation des fissures après un traitement thermique à environ 600°C pendant environ 7h ([Mullen1992], [Pathania2002] et [Vaillant2006]). Mullen et Parrington [Mullen1992] ont montré qu'après un traitement thermique de 7h à 607°C, les alliages 82 et 82H (plus de 0,3% de carbone) étaient moins sensibles à l'amorçage de fissures. Une diminution par un facteur 2 de la vitesse de propagation est également observée par Le Hong *et al.* [LeHong2001a] après un traitement thermique de 610°C pendant 6h.

Toutefois, Vaillant *et al.* [Vaillant2006] ont mis en évidence que l'effet bénéfique du traitement thermique sur l'amorçage de fissures en CSC n'était pas systématique pour les alliages 182 et que la sensibilité à la CSC après traitement thermique dépendait de la composition chimique de l'alliage. Ce résultat était déjà mentionné et confirmé par les études [EPRI2004] et [Hanninen2006], qui ont constaté que l'effet bénéfique du traitement thermique de détensionnement dépendait de la sensibilité initiale du matériau à la CSC et/ou de sa composition. En effet, une amélioration de la résistance à la CSC après un traitement thermique de détensionnement est mise en évidence pour les alliages à base de nickel soudés présentant une haute teneur en carbone et en silicium et une forte sensibilité à la CSC [Amzallag2001]. A contrario, le traitement de détensionnement a peu, voire pas, d'effet sur les alliages à base de nickel soudés présentant une faible teneur en carbone et en silicium et faiblement sensibles à la CSC. Ce résultat est probablement dû à la faible teneur en carbone, insuffisante pour développer une précipitation intergranulaire protectrice vis-à-vis de la CSC. En conclusion, la précipitation et l'appauvrissement en certains éléments chimiques au niveau des joints de grains semblent être reliés à la fois à la composition chimique nominale et aux traitements thermiques de détensionnement appliqués.

### **I.2.1.4 Nature des joints de grains**

Les joints de grains des alliages à base de nickel soudés sont des joints de grains sinueux en raison de la solidification spécifique de ces derniers qui est dendritique. Les analyses par la technique EBSD (Electron Back-Scattered Diffraction) permettent de caractériser la morphologie des grains et leurs orientations. Le joint de grains est défini d'après un critère en angle de désorientation. Pour les alliages à base de nickel soudés (Alliage 182 et Alliage 82), l'angle de désorientation choisi pour caractériser un joint de grains est généralement de 15° ([Crawford1992] [Mills2005] [Scott2005] [Tezenas2009]). De plus, comme il a été précisé précédemment, l'amorçage et la propagation des fissures sont intergranulaires, principalement perpendiculaires à la sollicitation. La propagation des fissures est favorisée lorsque le plan de fissuration est colinéaire à la direction de croissance des grains [Scott2005] [Wehbi2014] [Chaumun2015].

La caractérisation des joints de grains, vis-à-vis de l'amorçage et de la propagation des fissures, a donc fait l'objet de plusieurs études sur les alliages à base de nickel soudés (A182

et A82) [Scott2005], [Alexandreau2003], [Alexandreau2005] et [Wehbi2014]. Suite à ces études, il a été mis en évidence que les joints de grains généraux, également appelés High Angle Grain Boundary (HAGB), étaient plus sensibles que les autres types de joints de grains vis-à-vis de la rupture en mode I, mode d'ouverture en CSC.

Les joints de grains sont classés en trois groupes suivant le modèle CSL (Coincidence Site Lattice) [Crawford1992], [Alexandreau2005], [Scott2005] :

- les joints de grains présentant un angle de désorientation  $<15^\circ$  : ce sont des sous-joints de grains appelés Low Angle Boundaries (LAB),
- les joints de grains présentant un angle de désorientation  $>15^\circ$  et contenant des nœuds communs aux réseaux cristallins des deux grains adjacents sont appelés Coincident-Site-Lattice (CSL),
- les joints de grains présentant un angle de désorientation  $>15^\circ$  qui ont peu, voire pas, de nœuds communs entre les réseaux cristallins des deux grains adjacents sont appelés High-Angle Grain Boundaries (HAGB) ou joints de grains généraux.

Les joints de grains de type CSL sont identifiés comme des joints de grains spéciaux. Ils sont également caractérisés à l'aide d'un indice de coïncidence  $\Sigma$ . Cet indice de coïncidence  $\Sigma$  est défini par [Priester2006]:

$$\Sigma = \frac{\text{Volume de la maille de coïncidence}}{\text{Volume de la maille primitive du cristal}}$$

Ce critère est applicable pour les trois catégories de joints de grains permettant ainsi de caractériser plus précisément les classes. Les joints de grains de type LAB ont un indice de coïncidence  $\Sigma$  inférieur à 3 et le plus souvent proche de 1. Les joints de grains CSL ont un indice de coïncidence compris entre 3 et 29 et les joints de grains généraux ont un indice de coïncidence supérieur à 29.

De manière générale, il a été observé sur les alliages à base de nickel soudés que la proportion de joints de grains HAGB était plus importante que celles des LAB et CSL. En effet, Peng *et al.* [Peng2013] ont pu déterminer sur deux nuances d'A182 la distribution suivante des joints de grains : environ 80% de HAGB, 15% de LAB et 5% de joint de grains spéciaux CSL (Figure I-14). Cette distribution augmente la probabilité d'amorçage et de propagation de fissures en CSC dans ces matériaux.

Par ailleurs, Wehbi [Wehbi2014] a mis en évidence que les joints de grains HAGB étaient plus sensibles à la pénétration d'oxydes ce qui favoriserait l'amorçage des fissures par CSC.

La littérature référencée précédemment concernant l'influence des paramètres matériaux a mis en évidence que de nombreux paramètres jouaient un rôle non négligeable sur le comportement en CSC des alliages à base de nickel soudés. En effet, la composition chimique joue un rôle sur la résistance des joints de grains en CSC avec la précipitation de certains éléments comme le carbone [Amzallag2001] mais également le chrome qui, en concentration suffisante pour former des carbures de chrome, joue un rôle bénéfique vis-à-vis de la tenue à la CSC [Sennour2013]. Les paramètres morphologiques du matériau sont également importants comme la morphologie et les orientations cristallographiques des grains.

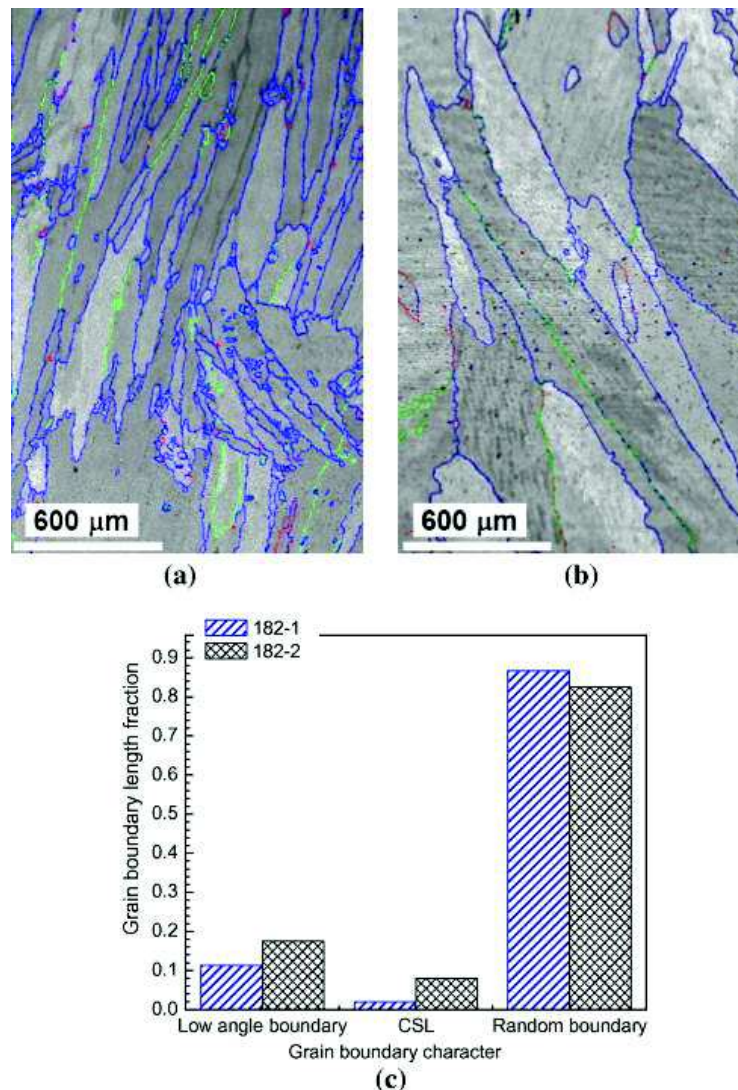


Figure I-14 : Distributions de la nature des joints de grains dans deux nuances d'Alliage 182 soudés, en (a) et (b) : cartographie EBSD de surfaces colinéaires au sens de croissance des dendrites avec les joints de grains repérés en bleu, vert et rouge correspondant respectivement aux joints de grains HAGB, LAB et CSL, et en (c) distribution de chaque nature de joint de grains [Peng2013]

### I.2.2 Influence de l'environnement

Bien que le milieu primaire se doit d'être conforme aux spécifications données par le RCC-M (Tableau 0-1 [Laghoutaris2009]), la littérature expose de nombreux paramètres du milieu pouvant influencer le comportement en CSC des alliages à base de nickel. La température et la composition chimique du milieu d'essai en sont les principaux. En effet, la température dans le circuit primaire peut varier entre 285°C et 340°C. Les milieux d'essais de CSC généralement étudiés, sont les milieux primaires REP simulés et testés dans la gamme de température prévue par la spécification ou à des températures supérieures [Jacko2003] [Norrington2005] [Yamamoto2006].

Toutefois, le milieu d'essai de cette étude est constitué de vapeur d'eau hydrogénée, ceci afin d'accélérer les phénomènes de CSC. Dans cette sous-partie, nous nous intéresserons à l'influence des deux paramètres majeurs d'un tel milieu, à savoir la température et la teneur en hydrogène.

### I.2.2.1 Influence de la température

Nous avons vu dans le paragraphe I.1.2 que le phénomène de CSC était thermiquement activé pour les alliages à base de nickel en général et pour ceux soudés en particulier [Pathania2002], [Scott2007] et [Fyitch2012].

Pour la gamme de températures d'essais étudiée, il a été mis en évidence une diminution du temps à l'amorçage [Mullen1992] et une augmentation de la vitesse de propagation des fissures de CSC avec l'augmentation de la température (Figure I-15).

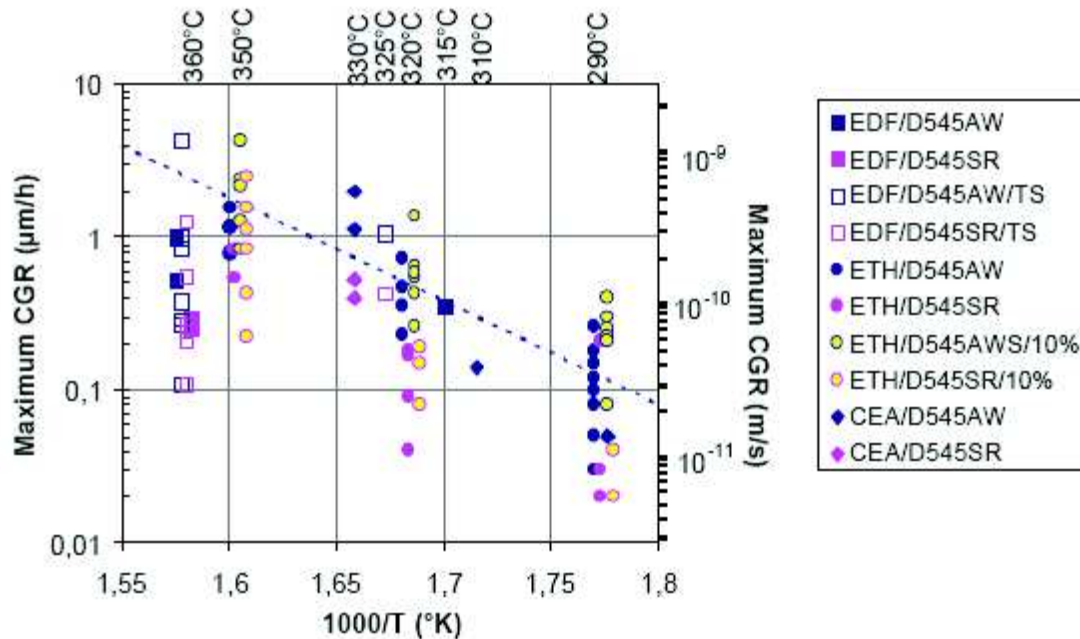


Figure I-15 : Vitesse de propagation en fonction de l'inverse de la température de l'A182 [LeHong2001a]

### I.2.2.2 Influence de la teneur en hydrogène dissous

La teneur en hydrogène dissous dans le milieu primaire peut modifier la structure de la couche d'oxyde formée à la surface de l'alliage. Attanasio et Morton [Attanasio2003] ont montré, à 338°C, une différence de propriétés électrochimiques de la couche d'oxyde en fonction de la teneur en hydrogène. Dozaki *et al.* [Dozaki2010] ont observé par Microscopie Electronique à Balayage (MEB) une augmentation de la présence de filaments d'oxyde dans la couche externe avec la diminution de la teneur en hydrogène dissous de 15 cc/kg à 5 cc/kg à 320°C. De plus, ils montrent que le temps à l'amorçage augmente avec la diminution de la pression partielle d'hydrogène dans le milieu : le temps à l'amorçage évolue de 15 000 h à 22 500 h pour l'A182 lorsque la pression partielle d'hydrogène diminue de 25 cc/kg à 15 cc/kg à 320°C. La bibliographie montre donc que la sensibilité à l'amorçage des alliages à base de nickel est maximale pour des valeurs de pressions partielles d'hydrogène comprises entre 25 et 35 cc/kg.

Concernant la propagation, les tendances sont inversées puisque les études montrent que la vitesse de propagation des fissures par CSC passe par un maximum puis diminue avec l'augmentation de la pression partielle d'hydrogène [Attanasio2003] [Paraventi2005] [EPRI2004]. En effet, Attanasio *et al.* [Attanasio2003] présentent clairement dans leurs travaux, l'évolution de la vitesse de propagation des fissures de CSC dans l'A82H en fonction de la teneur en hydrogène de 0 à 120 cc/kg pour des essais en milieu primaire à 338°C (Figure I-16).



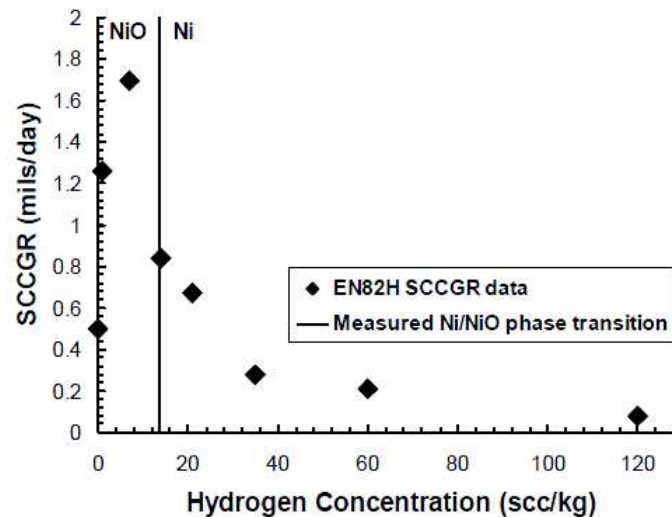


Figure I-16 : Vitesse de propagation des fissures de CSC en fonction de la teneur en hydrogène dans le milieu primaire à 338°C de l'Alliage 82H avec une pression partielle d'équilibre Ni/NiO à 13,8 cc/kg de pression d'hydrogène [Attanasio2003] (scc : Shear-Gradient Concentration Coupling)

Indépendamment de l'effet du sens de prélèvement, l'évolution de la vitesse de propagation observée par Paraventi *et al.* [Paraventi2005], en accord avec celles d'Attanasio *et al.* [Attanasio2003], présente, dans le cas de l'A82 à 288°C, une vitesse de propagation 2 à 3 fois plus élevée à 23 cc/kg qu'à 50 cc/kg d'hydrogène dissous (Figure I-17).

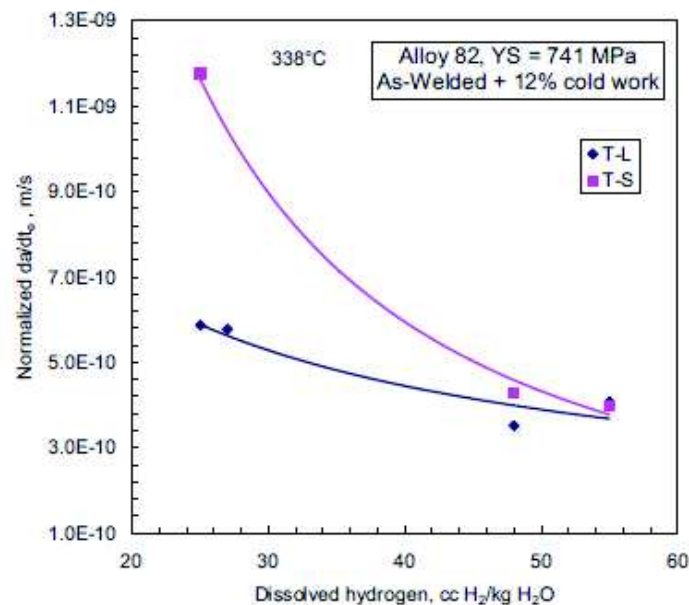


Figure I-17 : Vitesse de propagation de fissures de CSC dans l'A82 en milieu primaire à 288°C en fonction de la teneur en hydrogène dissous [Paraventi2005]

Il semblerait que pour les alliages à base de nickel soudés, la teneur en hydrogène dissous n'ait pas le même effet sur les deux étapes (amorçage et propagation). Toutefois, il semblerait que les basses teneurs soient plus favorables vis-à-vis de l'amorçage qui est l'étape clé pour la durée de vie des composants des REP en alliage à base de nickel soudés.

### I.2.3 Influence des paramètres mécaniques

Les contraintes imposées aux matériaux constituant les composants des circuits des REP peuvent être :

- externe (ou appliquée) : en service, ce type de contrainte est le résultat, entre autres, du chargement thermomécanique appliqué aux structures du fait de la pression de l'eau, des vibrations associées à l'écoulement du fluide caloporteur, des différences de coefficient de dilatation thermique entre les composants ou des gradients thermiques imposés [Hanninen2006]. En laboratoire, l'influence de ce type de contraintes mécaniques sur le matériau est étudiée à travers les essais mécaniques comme les essais de traction à chargement constant ou cyclique, ou encore dans le cadre du suivi de la propagation de fissures en CSC à l'aide d'éprouvettes dites CT (Compact Tension) à contrainte d'ouverture imposée,
- interne (ou résiduelle) : les contraintes internes dans un alliage peuvent être soit résiduelles soit liées à un pré-écrouissage (volumique ou surfacique). Sur site, les contraintes résiduelles dans le volume sont principalement introduites lors des opérations de soudage et sont associées au refroidissement du métal d'apport et au bridage des composants adjacents. Ces contraintes résiduelles ne peuvent être évitées et sont présentes naturellement dans les matériaux à l'issue des opérations de soudage. En ce qui concerne l'écrouissage surfacique, celui-ci est induit par les opérations post-soudage comme la rectification ou encore le grenaillage [Bonaventure2012] [Scott2007]. En laboratoire, les contraintes résiduelles sont reproduites par les conditions de fabrication des maquettes de soudures (bridage, géométrie et dimensions des plaques ou tubes à souder...). L'influence du taux d'écrouissage est étudiée soit en surface par des préparations spécifiques [deCurières2010], soit en volume par du laminage ou un pré-écrouissage par essai de traction [Couvant2011].

Dans les paragraphes suivants, nous tenterons d'explicitier, par les données de la littérature, l'influence de chaque type de contraintes sur le comportement en CSC des alliages à base de nickel soudés A182 et A82. Toutefois, il est à noter qu'en service, d'après le retour d'expérience [EPRI2007], les contraintes résiduelles ont plus d'influence sur la fissuration par CSC que les contraintes externes appliquées.

### **1.2.3.1 Influence des contraintes appliquées**

Ce type de contrainte a une influence non négligeable sur la tenue du matériau en CSC à la fois vis-à-vis de l'amorçage des fissures mais aussi de leur propagation. Cependant, la majeure partie des études de la littérature se concentre sur l'influence de la contrainte appliquée sur la vitesse de propagation des fissures de CSC.

#### **❖ Influence de la contrainte sur l'amorçage**

Quel que soit le type d'éprouvettes utilisées pour l'étude de l'amorçage (C-Ring, U-bend ou Reverse U-bend), il a été observé une diminution du temps à l'amorçage avec l'augmentation du chargement appliqué pour les alliages à base de nickel soudés, comme montré par Mullen et Parrigton [Mullen1992] pour l'A82 en milieu primaire à 360°C.

Cette tendance a également été constatée par Vaillant [Vaillant2005] sur des alliages A182 testés en traction lente ou SSRT (Slow Strain Rate Tensile Test) avec une vitesse de déformation de  $5 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$  en milieu primaire à 360°C. D'autre part, ce même auteur a également réalisé des essais de traction à chargement cyclique à contrainte imposée sur des éprouvettes en A182 ( $R=0,9$  avec une fréquence de  $2,8 \cdot 10^{-4} \text{ Hz}$ ). Ces essais ont mis en évidence la même tendance, c'est-à-dire, une diminution du temps à rupture avec l'augmentation de la charge appliquée : 14034 h et 7372 h pour des chargements cycliques dont la contrainte maximum est respectivement de 350 MPa et 380 MPa à 360°C.

Les essais sous chargement cyclique réalisés par Mills *et al.* [Mills2003] [Mills2005] ont montré une diminution d'un facteur 2 à 4 du temps à l'amorçage lorsque la fréquence de l'essai est supérieure à  $10^{-3} \text{ Hz}$ .

### ❖ Influence de l'état de contrainte sur la propagation de fissures

Les vitesses de propagation des fissures ont été de nombreuses fois l'objet d'études par l'EPRI [EPRI2004] [EPRI2007] et par d'autres auteurs comme Le Hong *et al.* [LeHong2001a] et Mills [Mills2003], entre autres. Ces études ont mis en évidence une dispersion des résultats de vitesse de propagation, comme le montre la Figure I-18. Toutefois, ces études réalisées sur une large gamme de facteurs d'intensité de contraintes compris entre 0 et 70 MPa $\sqrt{m}$  permettent d'observer tout d'abord une dépendance de la vitesse de fissuration à la température. D'autre part, l'interpolation des données expérimentales laissent supposer une indépendance de la vitesse vis-à-vis du facteur d'intensité des contraintes (plateau) à partir d'un seuil fixé à 9 MPa $\sqrt{m}$  par analogie avec l'Alliage 600.

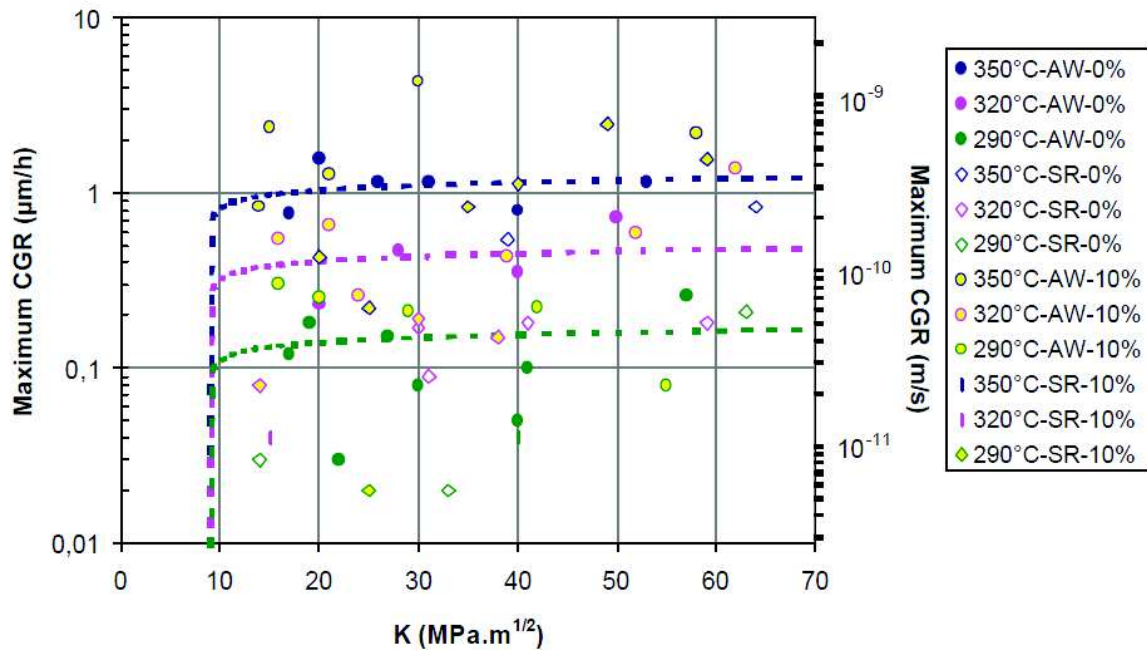


Figure I-18 : Influence du facteur d'intensité des contraintes sur la vitesse de propagation des fissures de CSC dans l'A182 en milieu primaire pour différentes températures [LeHong2001a].

De la même façon, les études réalisées par le CEA et EDF sur l'alliage A182 en milieu primaire entre 290°C et 350°C et rapportées par Pathania [Pathania2002], mettent en évidence la présence de ce plateau pour un facteur d'intensité de contraintes compris entre 15 et 65 MPa $\sqrt{m}$ .

A partir des études réalisées et du retour d'expérience, Le Hong *et al.* [LeHong2001a], d'une part, et Pathania [Pathania2002]), d'autre part, ont proposé différents modèles de propagation. Si la philosophie de ces modèles restent la même, à savoir une dépendance de la vitesse de propagation des fissures en fonction de la température et du facteur d'intensité des contraintes, des différences résident dans la simplicité du modèle utilisé, avec pour l'un une approche empirique et pour l'autre la prise en compte de paramètres microstructuraux (écrouissage, morphologie) ou de sollicitations mécaniques (constante ou cyclique).

Le modèle proposé par l'EPRI pour l'A182 et rapporté par Pathania *et al.* [Pathania2002] est le suivant :

$$\frac{da}{dt} \text{ (m/s)} = 1,4 \times 10^{-11} (K - 9)^{1,16} \quad \text{Équation 1}$$

Avec  $da/dt$  la vitesse de propagation et  $K$  le facteur d'intensité des contraintes en MPa $\sqrt{m}$ . Il permet de relier directement la vitesse de propagation des fissures au facteur d'intensité des contraintes.



Le modèle d'estimation de la vitesse de propagation des fissures établi par [LeHong2001a] est le suivant :

$$CGR(\mu m/h) = 175 \cdot 10^{-9} (K - 9)^{0,1} \exp \left[ -\frac{130000}{8,32} \left( \frac{1}{T} \right) \right] \left( 1 + \frac{CW}{10} \right) \left\langle \frac{1}{0,5} \middle| \begin{matrix} AW \\ SR \end{matrix} \right\rangle \left\langle \frac{1}{0,5} \middle| \begin{matrix} \text{parallel} \\ \text{perpendiculaire} \end{matrix} \right\rangle \left\langle \frac{1}{2} \middle| \begin{matrix} \text{constant} \\ \text{cyclic} \end{matrix} \right\rangle$$

Équation 2

Ce modèle fait intervenir d'autres paramètres en plus du facteur d'intensité des contraintes ( $K$  en  $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ) et de la température ( $T$  en Kelvin). Les facteurs compris dans l'exponentiel du modèle sont basés sur des observations du comportement en CSC des alliages à base de nickel soudés, A182 et A82. Parmi ces facteurs, l'influence du type de chargement appliqué lors de l'essai de propagation est représentée par un facteur 1 ou 2 suivant que ce dernier soit constant ou cyclique, comme observé par Mills [Mills2003] [Mills2005]. Les trois autres facteurs sont associés au matériau comme le pourcentage de laminage ( $CW$ ) ou encore l'état métallurgique de l'alliage, qui peut être brut de soudage ( $AW$  : As-Welded) ou traité thermiquement ( $SR$  : Stress Relieved). L'influence de ce dernier paramètre a été explicitée dans le paragraphe I.2.1. Le troisième facteur concerne un paramètre lié à la microstructure des alliages à base de nickel soudés à savoir : le sens de prélèvement des éprouvettes dans les soudures vis-à-vis de la direction de croissance des grains colonnaires dendritiques (parallèle ou perpendiculaire au sens de sollicitation) (paragraphe I.2.1.).

Bien que ce modèle soit plus physique, il ne permet toutefois pas de diminuer la dispersion générale observée, qui est associée à la très grande dépendance de cette vitesse aux paramètres microstructuraux, mais aussi à celle associée au chargement appliqué.

### I.2.3.2 Influence des contraintes internes

Lors de l'opération de soudage, le bridage des pièces à souder empêche leur déformation, ce qui conduit à l'instauration de contraintes internes. Le refroidissement des passes de soudage ainsi que les cycles thermiques associés aux opérations de soudage multipasses ou de beurrage ou encore aux opérations post-soudage sont donc des paramètres qui affectent la microstructure mais également l'état de contraintes résiduelles dans la zone soudée et dans les zones affectées thermiquement. Quelques mesures de contraintes résiduelles ont été réalisées sur site sur les soudures ou au voisinage des interfaces zone fondue/métal de base (à base de nickel ou d'acier austénitique) et ont permis de mesurer des contraintes, de traction et/ou de compression, variables sur plusieurs centaines de MPa [Hanninen2006].

Rhorer [Rhorer1981] a étudié à l'échelle de la structure, dans le cas de procédés multipasses, l'influence de la répartition et du séquençage des passes sur l'état des contraintes résiduelles dans la soudure. Ces études avaient pour but d'optimiser le procédé de soudage et de minimiser ces contraintes résiduelles qui, au premier ordre, peuvent être initiatrices de défauts de soudage (fissurations à chaud ou à froid) [Bonaventure2012].

En laboratoire, les contraintes résiduelles sont étudiées à l'aide de maquettes de soudure [Bonaventure2012]. Cependant, les études concernant l'influence des contraintes résiduelles sur le comportement en CSC n'ont pas été lues à ce jour. En revanche, l'influence de l'écrouissage en surface est étudiée avec une préparation de surface spécifique (polissage, meulage ou rectification) et a été abordée, entre autres, par [deCurières2010] et [LeHong2001b]. Celle de l'écrouissage volumique simulé en laboratoire par des opérations de laminage (contraintes de compression) ou encore par un pré-écrouissage en (contraintes de traction) a été entreprise par [Paraventi2011] et [Yamazaki2008] entre autres.

#### ❖ Influence des contraintes internes sur l'amorçage

De manière générale, le temps à l'amorçage des éprouvettes diminue lorsque l'écrouissage de surface ou de volume augmente pour les alliages à base de nickel soudés 182 et 82 en milieu primaire [Amzallag2001] [Scott2001] [deCurières2010].

L'influence des défauts de collage et de microfissuration à chaud, liés aux opérations de soudage, a été étudié notamment par [Jacko2003] [Calonne2010] sur des éprouvettes en alliage à base de nickel soudé en traction lente et en milieu primaire. Ces auteurs ont montré que les défauts de soudage n'étaient pas source d'amorçage de fissure de CSC. Cette observation a également été observée par [White2005] sur des éprouvettes CT en alliage à base de nickel soudé, A82. Les défauts de soudage peuvent toutefois influencer localement la relaxation ou la concentration de contrainte.

Enfin, les opérations post-soudage influencent l'état de contraintes résiduelles. La réalisation d'un traitement thermique de détensionnement sur les composants adjacents à la soudure a une influence bénéfique sur la tenue en CSC des soudures, également observée en laboratoire [Scott2007] par abaissement du niveau global de ces contraintes.

Les couches écrouies générées en surface par les opérations post-soudage de type meulage/rectification créent des contraintes superficielles de compression qui ont un effet bénéfique tant que la sollicitation imposée ne dépasse pas la limite élastique de la zone écrouie, du fait du décalage de la valeur du chargement effectif. En revanche, dès lors que la sollicitation permet de dépasser la limite élastique, le matériau se déforme plastiquement et par conséquent la couche écrouie ne joue plus son rôle protecteur [Scott2001] [Scenini2008].

#### ❖ Influence des contraintes internes de traction sur la propagation

La plupart des auteurs s'accordent sur l'augmentation de la vitesse de propagation des fissures de CSC en milieu primaire avec l'augmentation du taux d'écrouissage en volume dans les alliages à base de nickel soudés de type A82 et A182 [LeHong2001a] [Pathania2002] [Paraventi2005] [Paraventi2011]. En effet, il a été observé par Paraventi *et al* [Paraventi2011] sur l'Alliage 82 en milieu primaire à 338°C, une augmentation de la vitesse de propagation des fissures de CSC d'un facteur 3 (de  $1,5 \times 10^{-7}$  m/s à  $5 \times 10^{-7}$  m/s) après un laminage de 12%. Le Hong *et al* [LeHong2001a] ont, quant à eux, mis en évidence une augmentation d'un facteur 2 de la vitesse de propagation de fissures de CSC en milieu primaire à 360°C sur des éprouvettes en alliage 182 après un laminage de 10%.

En outre, Paraventi *et al.* [Paraventi2011] ont également observé la perte du bénéfice d'un traitement thermique au cours d'essais de CSC réalisés en milieu primaire à 338°C et 316°C après la réalisation d'un laminage sur un alliage à base de nickel soudé (A82H) traité thermiquement. La vitesse de propagation mesurée sur cet alliage traité thermiquement puis laminé s'est révélée être plus élevée que celle du même alliage à l'état brut de soudage.

Par ailleurs, LeHong [LeHong2001b] constate que le taux d'écrouissage en surface a un impact plus significatif sur l'amorçage des fissures que sur la propagation de celles-ci [LeHong2001b] puisque la propagation est un phénomène qui se produit dans le volume. Ainsi, Amzallag *et al* [Amzallag2001] ont pu constater sur site, dans des soudures en A182, des amorçages de fissures dans le circuit primaire dans les zones martelées. Ces amorces de fissures ne se sont pas propagées dans le métal sous-jacent non écroui par le martelage (la profondeur de la zone écrouie a été estimée à 2,3 mm).

En ce qui concerne les contraintes résiduelles, la plupart des études traitent de l'effet des traitements thermiques de détensionnement qui améliorent le comportement en CSC des alliages à base de nickel soudés.

### **I.2.4 Synthèse de l'influence des paramètres sur le comportement en CSC des alliages à base de nickel soudés**

La Corrosion Sous Contrainte des alliages à base de nickel soudés (A182/A82) est étudiée afin de prévoir le temps à l'amorçage et la vitesse de propagation des fissures en milieu primaire REP. De manière générale, l'amorçage et la fissuration par CSC des alliages à base de nickel sont intergranulaires et se propagent préférentiellement dans la direction de

croissance des grains. Les énergies d'activation apparentes mesurées par la majorité des auteurs sont de 185 kJ/mol pour l'amorçage et de 130 kJ/mol pour la propagation des fissures.

L'objectif de ces études est de comprendre dans quelle mesure les paramètres liés respectivement au matériau, à l'environnement et à la sollicitation influencent le comportement en CSC des alliages à base de nickel soudés. Le Tableau I-1 présente un récapitulatif non exhaustif des différentes influences recensées : en amorçage et en propagation.

*Tableau I-1 : Synthèse bibliographique non exhaustive des paramètres influençant le comportement en CSC des alliages à base de nickel soudés*

Paramètres		Observations	Bibliographie
Matériaux	Sens de prélèvement	<ul style="list-style-type: none"> <li>- la vitesse de propagation des fissures plus élevée lorsque le plan de fissuration est parallèle au sens de croissance des dendrites et donc aux joints de grains</li> <li>- Les joints de grains perpendiculaires à l'axe de la sollicitation sont plus affectés que les joints de grains parallèles</li> </ul>	[Amzallag2001], [LeHong2001a], [Pathania2002], [Paraventi2005], [Vaillant2005], [Scott2005], [Garcia2006].
	Composition chimique	<ul style="list-style-type: none"> <li>- L'augmentation des teneurs en chrome et en carbone diminue le taux de fissuration de CSC</li> <li>- La sensibilité à l'amorçage de fissures par CSC ne peut pas être directement liée à la sensibilité des alliages à la fissuration à chaud (plus sensible avec une haute teneur en carbone et en silicium)</li> </ul>	[Was1992], [Mullen1992], [Buisine1994], [Amzallag2001], [Pathania2002], [Calonne2010]
	Etat métallurgique	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Le traitement thermique de 7h à 600°C :</li> <li>- augmente le temps à l'amorçage des fissures d'un facteur 2 à 4</li> <li>- joue un rôle dans la précipitation des carbures de chrome, ce qui semble être bénéfique vis-à-vis de la sensibilité à la CSC</li> </ul>	[Mullen1992], [Amzallag2001], [EPRI2004], [Hanninen2006], [Vaillant2006]
	Nature des joints de grains	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Les joints de grains à faible angle de désorientation (LAB) et les joints de grains spéciaux (CSL) sont moins sensibles à l'amorçage et à la propagation des fissures de CSC que les joints de grains généraux (HAGB)</li> </ul>	[Alexandreaanu2005], [Scott2005], [Peng2013]
Milieu	Température	<ul style="list-style-type: none"> <li>- La CSC est un phénomène thermiquement activé</li> </ul>	[LeHong2001b], [Amzallag2001], [Pathania2002], [Norrington2005], [Vaillant2006], [Scott2007], [Fyfe2012]
	Teneur en Hydrogène	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Une augmentation de la sensibilité à la CSC est observée avec l'augmentation de la pression partielle d'hydrogène avec un maximum à 8 cc/kg suivi d'une diminution de la</li> </ul>	[Attanasio2003], [Paraventi2005], [Dozaki2010]

		sensibilité à la CSC avec l'augmentation de la pression partielle d'hydrogène	
Sollicitations/ contraintes	Appliquées	<ul style="list-style-type: none"> <li>- L'augmentation de la concentration de contraintes dans les éprouvettes d'amorçage diminue le temps à l'amorçage des fissures</li> <li>- Il existe un seuil de facteur d'intensité des contraintes (<math>9 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}</math>) à partir duquel la vitesse de propagation varie peu quelle que soit la valeur du facteur d'intensité des contraintes (présence d'un plateau).</li> </ul>	[Mullen1992], [LeHong2001a], [Pathania2002], [Mills2003], [Mills2005],
	Internes (dus à un écoulement surfacique ou volumique)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Sur sites, les contraintes résiduelles sont la conséquence du procédé de soudage et des conditions de soudage et sont plus souvent la raison des fissurations par CSC</li> <li>- L'augmentation du taux d'écrouissage de traction en surface et en volume diminue le temps à l'amorçage</li> <li>- L'augmentation du taux d'écrouissage en volume augmente la vitesse de propagation des fissures</li> </ul>	[Amzallag2001], [LeHong2001a], [Pathania2002], [Paraventi2005], [deCurières2010], [Paraventi2011]

Les vitesses de propagation mesurées en laboratoire présentent une importante dispersion. Cette dispersion peut être due aux conditions d'essais (milieu et sollicitations) qui peuvent ne pas être rigoureusement les mêmes, mais est surtout corrélée aux différences « matériau » recensées dans les études. En effet, parmi les paramètres « matériau » influençant le comportement en CSC, la composition chimique joue un rôle sur la précipitation intragranulaire, et surtout intergranulaire, et par conséquent sur la résistance des joints de grains. L'orientation du prélèvement des éprouvettes joue également un rôle significatif sur l'amorçage et la propagation des fissures par CSC. Cette dépendance au matériau est d'ailleurs prise en compte dans la modélisation de la vitesse de propagation des fissures établie par [LeHong2001a].

Nous pouvons conclure que de nombreux paramètres influencent le comportement à l'amorçage et à la propagation de fissures de CSC des alliages à bases de nickel soudés. Cependant, ces paramètres ont souvent été étudiés indépendamment les uns des autres et peu d'études les corrélaient entre eux. La suite de ce chapitre bibliographique est donc consacré aux quelques études associant à la fois le matériau, l'environnement et la sollicitation pour s'affranchir du comportement global et ainsi réaliser une étude locale du comportement au niveau des joints de grains fissurés.

### I.3 Corrélation entre la microstructure et/ou son état mécanique local et l'amorçage de la fissuration en CSC des alliages à base de nickel soudés

Cette partie concerne des études motivées par l'objectif de limiter la sensibilité des alliages à la CSC en s'intéressant aux corrélations entre paramètres à l'échelle locale (celle de la microstructure).



Parmi ces études, celle de Young *et al.* [Young2005] tente d'expliquer la propagation d'une fissure de CSC dans les alliages à base de nickel (Alliage 600 et Alliage X-750) en milieu primaire simulé REP à 360°C en corrélant la microstructure et le comportement mécanique et plus particulièrement les hétérogénéités locales de déformation. Dans cette étude, la microstructure et les déformations locales ont été caractérisées à l'aide d'analyses EBSD. Une éprouvette CT a été découpée en son milieu de manière à pouvoir analyser la zone autour de la fissure propagée. Au cours de cette étude, les auteurs se sont focalisés sur les cartographies de désorientations des grains, ce qui leur a permis d'obtenir une caractérisation, tout du moins qualitative, des déformations intragranulaires et intergranulaires dans la zone analysée. Cette analyse ne leur a cependant pas permis de mettre en évidence de localisation significative de la déformation le long de la fissure par rapport à des zones plus éloignées (Figure I-19). Il est à noter que les analyses EBSD sont réalisées à posteriori sur une éprouvette découpée et polie et que l'état initial de la déformation avant essai des zones analysées n'a pas pu être mesurée. En complément, les auteurs ont réalisé des analyses de la microstructure par microscopie électronique en transmission (MET), ce qui leur a permis de confirmer l'absence de dislocations donc de contraintes au niveau de la pointe de fissure (Figure I-20).

Bien que la démarche soit intéressante, les conclusions sont tout de même limitées par les techniques utilisées pour mesurer les champs de déformation. Ils sont estimés qualitativement d'après la mesure des désorientations locales après essai.

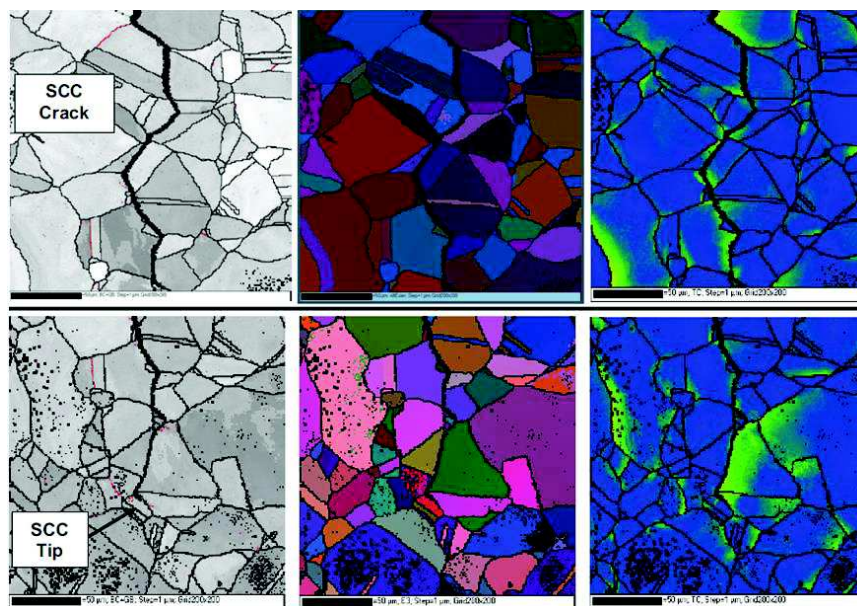


Figure I-19 : Analyses EBSD réalisées autour d'une fissure de CSC d'une éprouvette CT en A600 testée en milieu d'eau pure à 360°C avec la représentation des joints de grains (gauche), des désorientations cristallographiques en fonction des angles d'Euler (centre) et des désorientations donnant les informations qualitatives de la déformation (droite) d'une zone autour de la fissure (SCC crack) et en pointe de fissure (SCC tip) associée à la désorientation intergranulaire, illustrant le degré de plasticité du métal d'une faible désorientation (bleu) à une forte désorientation (rouge) [Young2005]

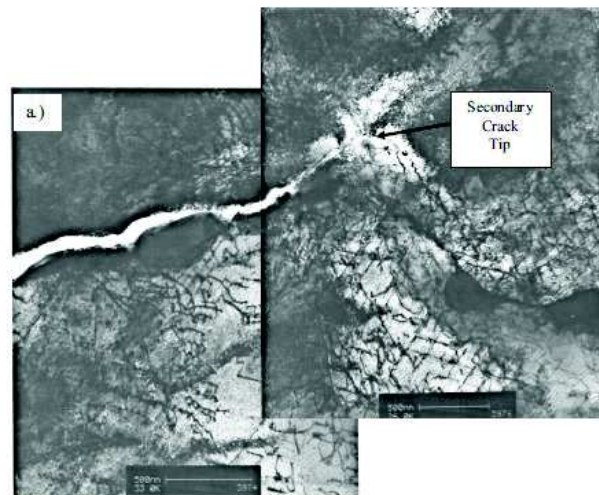


Figure I-20 : Absence d'amas de dislocations en pointe de fissure observé par MET sur une lame mince provenant d'une éprouvette CT en A600 découpée en son milieu après un essai de propagation en milieu eau pure désaérée à 360 °C [Young2005]

Sáez *et al.* utilisent la même méthode [Sáez2011]. Cependant, les champs de déformation sont calculés à partir de l'évolution de la désorientation de chacun des pixels avant et après essai mécanique. Ils ont ainsi mis en évidence, pour l'acier austénitique 304L, une augmentation de la désorientation locale (et donc de la déformation locale) avec l'augmentation de la déformation plastique suivant une relation linéaire entre ces grandeurs (comportement également observé par Kamaya *et al.* [Kamaya2009] dans l'acier inoxydable austénitique 316L). En utilisant cette méthode, l'analyse de la déformation plastique dans un dépôt d'Alliage 182 sur une plaque en A600 met en évidence des niveaux de déformations plastiques différents avec des valeurs moins élevées dans les zones à gros grains vis-à-vis des zones à petits grains [Sáez2011]. Ces mêmes auteurs mettent en avant le fait que les désorientations mesurées dépendent fortement du pas d'acquisition (step size), soulevant ainsi le problème de la résolution spatiale vis-à-vis de l'échelle de la localisation de la plasticité.

Les champs de déformation en surface des échantillons sont généralement étudiés à partir de corrélation d'images numériques, dont l'objet est de mesurer le champ de déplacements de motifs sur la surface du matériau. La résolution du motif définit la base de mesure du champ de déplacement, puis par méthode de dérivation discrète, la base de mesure du champ de déformation associé ([Allais1994], [Bornert1996], [Doumalin2000], [Grediac2012]). L'application à la problématique de la CSC a fait l'objet notamment des études récentes de [Couvant2011] [LeMillier2014] [Wehbi2014]. Pour des questions de milieu et de température ainsi que de résolution souhaitée, l'application de microgrilles métalliques est souvent privilégiée en CSC par rapport aux mouchetis de peinture. Le couplage entre la microstructure et le comportement mécanique s'effectue par corrélation entre les champs de déformation et les champs d'orientations cristallographiques obtenus par EBSD [Couvant2011] [LeMillier2014] [Wehbi2014].

Cette démarche a été appliquée pour les alliages à base de nickel soudés, A182 et A82 [Couvant2011] [Wehbi2014]. Couvant *et al.* [Couvant2011] ont mené des études sur le comportement de l'A182 en milieu primaire à 360°C. Les essais mécaniques ont été réalisés sur des éprouvettes en croix permettant d'étudier l'effet du trajet de chargement (direct : une seule direction de chargement ou complexe : changement de direction de chargement), pour une même valeur de déformation équivalente, sur la localisation de la déformation et la sensibilité à la fissuration par CSC. Le recours à une analyse EBSD sur le même élément de matière a confirmé la nature intergranulaire de l'amorçage de la fissuration

Cette même démarche a été également utilisée par Wehbi sur l'Alliage 182 en milieu primaire à 340°C [Wehbi2014]. En effet, l'analyse des facteurs de Schmid couplée à la mesure des déformations locales intragranulaires a été effectuée autour des joints de grains fissurés. Les

résultats ont pu mettre en évidence un seuil local de déformation équivalente de von Mises compris entre 0,04 et 0,05 pour l'ensemble des fissures observées ainsi qu'un développement privilégié de la fissuration lorsqu'il y a une incompatibilité de déformation autour d'un joint de grains. L'incompatibilité de déformation a été définie par un delta de déformation mesuré localement sur les grains adjacents aux joints de grains fissurés. Dans cette étude Wehbi [Wehbi2014] a également associé l'incompatibilité de déformation avec la pénétration d'oxyde, en corrélant les plus grandes pénétrations d'oxyde aux incompatibilités de déformation.

C'est dans cette dynamique de couplage des paramètres que s'inscrit ce manuscrit. En effet, afin de tenter d'identifier les paramètres influençant l'amorçage de fissures par CSC en milieu de vapeur d'eau hydrogénée à 400°C, un couplage des amorces de fissures avec la microstructure et le comportement mécanique a été entrepris. La méthodologie appliquée pour chacune des caractérisations sera explicitée dans les chapitres concernés après la présentation du matériau. Elle s'inspire des méthodes mises en œuvre par Couvant *et al.* [Couvant2011], Wehbi [Wehbi2014] et Le Millier [LeMillier2014].



## Chapitre II Matériau de l'étude

L'étude bibliographique présentée dans le Chapitre I a mis en évidence la complexité des alliages à base de nickel soudés que ce soit vis-à-vis de leur microstructure ou de leur comportement en corrosion sous contrainte (CSC). Ce chapitre a pour objectif de caractériser de la manière la plus complète possible les deux nuances d'alliage 82 étudiées. Les procédés de soudage des moules seront ainsi présentés avec leur effet sur la microstructure, une caractérisation complète de la microstructure des alliages avec une identification de la texture morphologique et cristallographique et enfin l'état métallurgique via la caractérisation chimique des différents moules sera également présenté. Ces caractérisations serviront à la recherche de corrélation avec les propriétés des alliages vis-à-vis de l'amorçage de la CSC.

### II.1 Moule de soudure : description et procédés de soudage utilisés

#### II.1.1 Les soudures dans les REP

Dans les REP, les procédés de soudage utilisés pour assembler les composants sont :

- le procédé à l'électrode enrobée SMAW (*Shielded Metal-Arc Welding*),
- le soudage à l'arc TIG (*Tungsten Inert Gas*) ou GTAW (*Gas Tungsten Arc Welding*) selon les normes américaines,
- le soudage MIG/MAG (*Metal Inert Gas/Metal Active Gas*) ou GMAW (*Gas Metal Arc Welding*) selon les normes américaines,
- le soudage à l'arc submergé SAW (*Submerged Arc Welding*).

Le choix de la technique retenue va dépendre de plusieurs facteurs [Hanninen2006] :

- l'épaisseur des composants à souder,
- la forme du produit,
- la forme du joint,
- le positionnement de la soudure,
- l'espace disponible et les fixations nécessaires,
- les conditions de service et l'environnement auxquels le joint soudé sera exposé,
- les restrictions liées à la construction.

Les deux types de soudage principalement utilisés pour la jonction des composants dans les REP avec les alliages 82 et 182 sont, respectivement, les procédés de soudage GTAW et SMAW ([Celin2011], [Pathania2002] et [Vaillant2006]). Toutefois, les deux nuances d'Alliage 82 qui font l'objet de cette étude ont été soudées par GTAW et FCAW (Flux Cored Arc Welding). Le procédé FCAW est basé sur le même principe que le procédé de soudage GMAW (Gas Metal Arc Welding également appelé MIG/MAG) mais utilise un fil fourré pour le métal d'apport, ce qui permet de l'adapter à une plus large gamme de spécifications chimiques. Les procédés GTAW et FCAW sont décrits dans l'annexe 2.

Sur site et pour les études en laboratoire, les soudures ont des épaisseurs centimétriques en raison de la géométrie des composants à souder. Des soudures à passes multiples sont alors réalisées (Figure II-1). Les soudures de l'étude sont donc multipasses et la taille de passes varie entre 5 et 10 mm.

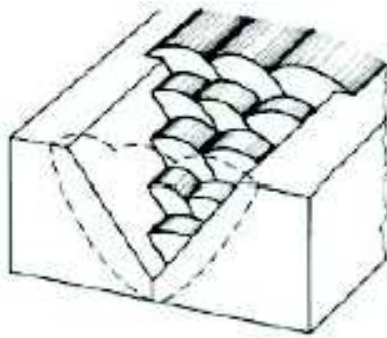


Figure II-1 : Soudure à passes multiples [Cazes1995]

### II.1.2 Matériaux de l'étude

Les moules de soudures de l'étude ont été fabriqués par la société Fouré-Lagadec. Ces moules sont constitués de deux plaques d'acier inoxydable (304L) soudées à l'aide de l'Alliage 82 (Figure II-2 (a.)). La vue en coupe de la Figure II-2 (b.) permet de visualiser l'épaisseur des plaques en acier inoxydable qui est d'environ 60 mm et les dimensions de la soudure. L'épaisseur importante des plaques de métal de base conditionne alors un mode de soudage multipasses : le nombre de passes des moules de soudure fabriqués pour l'étude est d'environ 100.

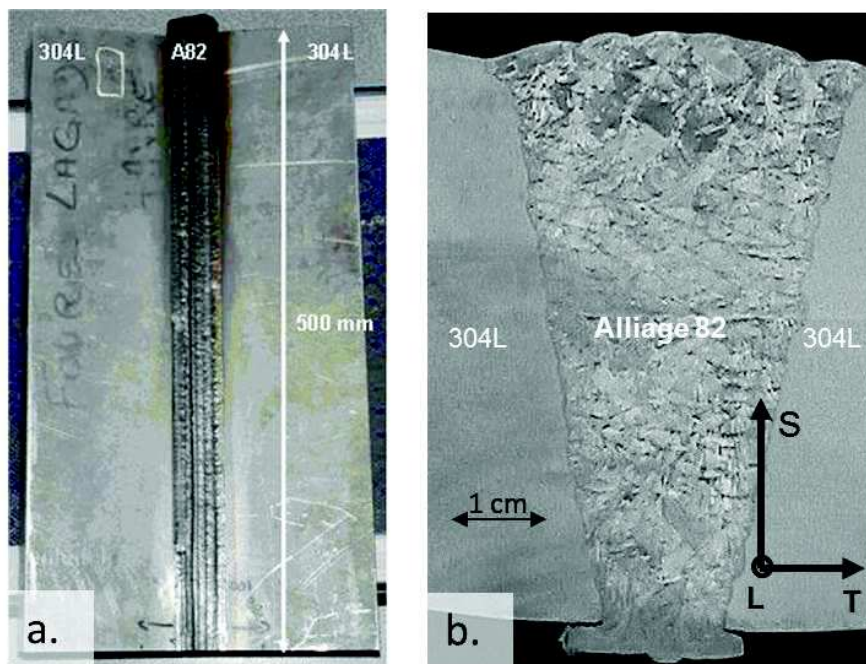


Figure II-2 : Vue (LT) d'un moule de soudure (a.) et vue en coupe d'un moule obtenue en microscopie optique après polissage mécanique (b.)

Le positionnement des plaques de 304L, avant le soudage est schématisé sur la Figure II-3. Lors du dépôt, les plaques en acier se redressent sous l'effet des contraintes résiduelles introduites dans la structure soudée. Ces pièces sont donc fabriquées sans bridage, contrairement aux soudures des composants de réacteurs qui eux sont naturellement bridées. L'absence de bridage a des conséquences sur la répartition et l'amplitude des contraintes résiduelles qui sont plus faibles que celles des soudures bridées. Il est à noter que ces contraintes résiduelles sont modifiées par l'usinage des éprouvettes de laboratoire.

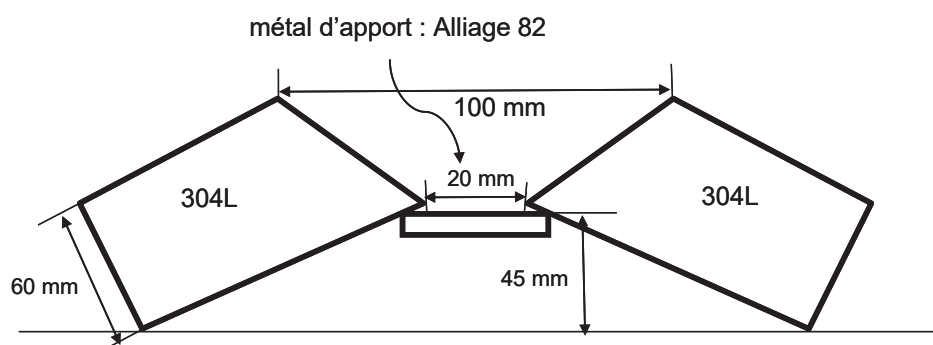


Figure II-3 : Schéma illustrant la disposition des composants avant l'opération de soudage

Onze moules de soudure ont été réalisés par Fouré-Lagadec, dont sept ont été utilisés au cours de l'étude. Les caractéristiques de ces sept moules sont présentées dans le Tableau II-1. Il y est référencé le numéro du moule, la référence du fil d'Alliage 82 utilisé avec la teneur en chrome du métal d'apport, le procédé de soudage utilisé et l'état métallurgique du moule. Les deux alliages 82 étudiés se distinguent par la teneur en chrome du fil, 18,48% et 19,90%/19,91%, et sont respectivement soudés par FCAW et GTAW.

Référence moule	Référence du métal d'apport	Procédé de soudage	Diamètre de fil (mm)	Etat métallurgique du moule	Teneur en chrome (%massique) du métal d'apport
Moule 1	MIG NL 82 lot QC797	GTAW	1,0	Brut de soudage	19,90
Moule 2	MIG NL 82 lot QC797	GTAW	1,0	Détensionné	19,90
Moule 5	MIG NL 82 lot QC797	GTAW	1,0	Brut de soudage	19,90
Moule 7	X2CrNi 17-2/ lot 081641 C1704	FCAW	1,2	Brut de soudage	18,48
Moule 10	MIG NL 82 lot QC972	GTAW	1,2	Détensionné	19,91
Moule 11	MIG NL 82 lot QC972	GTAW	1,2	Brut de soudage	19,91
Moule 12	MIG NL 82 lot QC972	GTAW	1,2	Brut de soudage	19,91

Tableau II-1 : Récapitulatif des moules utilisés pour l'étude et fournis par Fouré-Lagadec

Trois métaux d'apport en Alliage 82 ont été utilisés dont leur composition chimique est explicitée dans le paragraphe II.2, deux avec une teneur massique en chrome de  $\approx 19,9\%$  et un avec une teneur massique en chrome de 18,48%. Deux raisons expliquent le choix du soudage par FCAW pour le moule à plus faible teneur en chrome. La première est l'impossibilité de s'approvisionner avec un fil classique en A82 de faible teneur en chrome (18,48%). La seconde raison concerne la réalisation même de la soudure. En effet, d'après les fournisseurs, la réalisation d'une soudure par GTAW avec un métal d'apport présentant une aussi faible teneur en chrome n'était pas faisable en raison du risque de formation de défauts de type fissurations à chaud et soufflures. Par conséquent, la soudure n'aurait pas été

représentative des composants. La composition chimique du fil d'A82 avec une faible teneur en chrome est conforme à la composition chimique du RCC-M.

Deux moules de soudure (2 et 10) ont été soumis à un traitement thermique de détensionnement de 7h à 600°C. Dans le chapitre précédent, il a été mentionné que le traitement thermique, réalisé pour détensionner les composants adjacents à la soudure, améliorerait dans certains cas la tenue en CSC des alliages 82. La réalisation des traitements thermiques sur deux moules de l'étude va donc permettre de vérifier si ce traitement est bénéfique pour les moules fabriqués selon nos conditions.

Les deux procédés, GTAW et FCAW, sont des procédés faisant intervenir de nombreux paramètres dont certains ont été identifiés comme influençant la forme du cordon de soudure [Cazes1995]. Ces paramètres sont :

- le type de courant appliqué (continu de polarité directe ou inverse ou alternatif),
- le courant et l'intensité,
- la longueur de l'arc (distance entre la buse de la torche et la zone à souder),
- le diamètre de l'électrode,
- le diamètre du fil du métal d'apport,
- la vitesse d'avance de soudage,
- le positionnement du soudage.

De plus, pour le procédé FCAW, la nature de l'enrobage du fil fourré peut également avoir une influence sur la forme du cordon.

Il nous semble donc important de préciser les paramètres utilisés pour la réalisation des soudures. Les moules 1 à 5 et 10 à 12 soudés par le procédé GTAW avec  $\approx 19,9\%$  de chrome dans le métal d'apport ont été soudés avec les paramètres suivant :

- Courant pulsé,
- Diamètre du fil : 1,0 ou 1,2 mm,
- Courant : 180 A, 13 - 14 V,
- Vitesse d'avance : 10 cm/mn,
- Polarité du courant : DC négatif,
- Température entre passes : 120°C maxi,
- Nombre de passes : environ 90,
- Protection gazeuse sous argon.

Pour les moules 7 à 9 soudés par FCAW avec le métal d'apport contenant 18,48% de chrome, les paramètres sont les suivants :

- Diamètre du fil : 1,2 mm,
- Courant : 200 à 210 A, 28 - 29 V,
- Vitesse d'avance: 30 cm/mn,
- Polarité du courant : DC positif,
- Température entre passes : 120°C maxi,
- Nombre de passes : 87
- Protection gazeuse sous argon.

Rappelons qu'une soudure est composée de trois zones : la zone du métal de base, la zone affectée thermiquement (ZAT), également appelée zone affectée par la chaleur (ZAC) et la

zone fondue comme le schématise la Figure II-4 [Murry1994]. L'Alliage 82 est donc présent dans la zone fondue qui est la zone centrale de la soudure. Les caractérisations ainsi que l'étude sont uniquement réalisées dans la zone fondue.

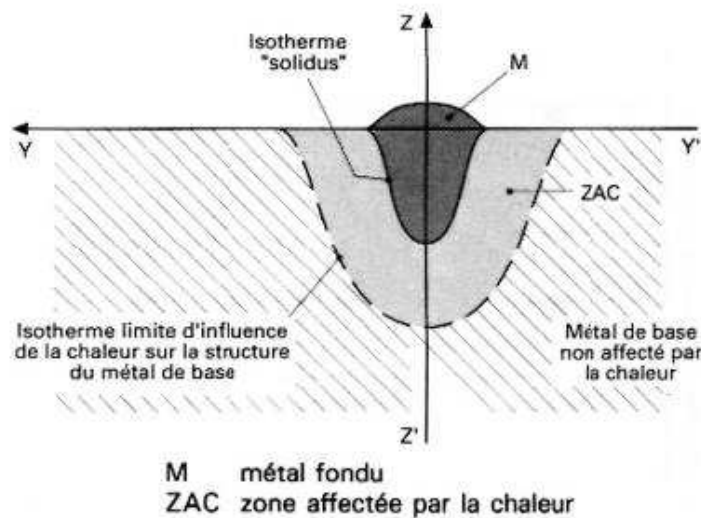


Figure II-4 : Description des zones composant un cordon de soudure [Murry1994]

Les moules présentés dans le Tableau II-1 ont été utilisés pour différents objectifs. En effet, des essais mécaniques ont été réalisés sur le moule 1, les caractérisations de la composition chimique du métal soudé ont été effectuées sur les moules 5, 7 et 12. Les caractérisations de la microstructure concernant la morphologie et les orientations cristallographiques des grains ont été réalisées sur les moules 2, 5 et 7 et la caractérisation de la précipitation a été effectuée sur les moules 7, 10 et 11.

### II.1.3 Défauts de soudage rencontrés sur les moules de l'étude

Après réception des moules, des observations au microscope optique et au Microscope Electronique à Balayage (MEB) ont été faites afin de caractériser les défauts de fabrication [Guerre2010].

Ces observations ont mis en évidence quelques défauts de soudage de type soufflures et des manques de fusion entre les passes de soudage à l'interface A82/304L (Figure II-5). Les soufflures sont des bulles de gaz introduites pendant le procédé de soudage, et le manque de fusion est comme son nom le précise un manque de fusion entre les deux passes qui ne permet pas la continuité locale de la soudure.

La dimension maximale des défauts de soudage est faible, soit inférieure à 1 mm, au regard des tolérances usuelles, qui sont inférieures à 3 mm pour les manques de fusion et inférieures à 4mm pour les soufflures [NormeNF]. La présence ponctuelle de manques de fusion n'a pas de conséquence sur les résultats des essais d'amorçage en raison de la dimension du joint soudé qui permet de prélever des échantillons en dehors des zones affectées.



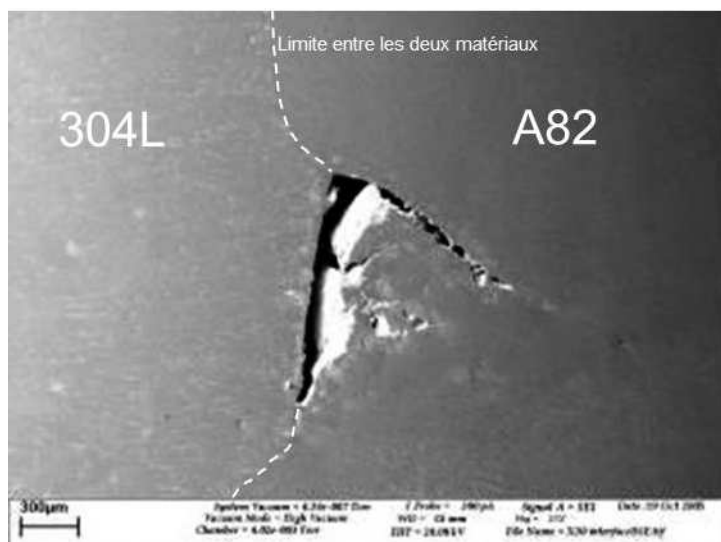


Figure II-5 : Manque de fusion entre l'Alliage 82 et l'Acier 304L observée par microscopie électronique à balayage

## II.2 Composition chimique des alliages 82 étudiés

La composition chimique des métaux d'apport en Alliage 82 (avant soudage) utilisés pour la réalisation des moules de soudure est récapitulée dans le Tableau II-2. Leur composition chimique est comparée à la spécification du RCC-M (Règles de Conception et de Construction des Matériels mécaniques des îlots nucléaires des REP) [AFCEN2012].

	C	Si	Mn	P	S	Cu	Mo	Ni	Cr	Co	Nb	Ti	Fe
RCC-M	<0,1	<0,5	2,5/3,5	<0,03	<0,015	<0,5	-	>67	18/22	<0,1	2/3	<0,75	<3
MIG NL 82/ lot QC7697	0,036	0,060	2,940	0,003	0,001	0,010	ND	72,700	19,900	0,044	2,380	0,337	1,270
MIG NL 82/ lot QG972	0,036	0,084	3,000	0,003	<0,001	0,016	ND	72,500	19,910	0,037	2,520	0,348	1,330
X2CrNi 17-2/ lot 081641	0,005	0,199	3,430	0,002	0,013	ND	0,098	74,500	18,480	ND	2,630	0,202	0,433

Tableau II-2 : Composition chimique en % massique des 3 fils d'Alliage 82 utilisés pour la fabrication des moules et spécification RCC-M pour l'Alliage 82 (ND : non détecté)

Ce tableau met en évidence que le fil avec une plus faible teneur en chrome, 18,48% (X2CrNi 17-2/ lot 081641), présente également une plus faible teneur en carbone, cuivre, cobalt, titane et fer que les deux autres fils d'Alliage 82 (19,90%/19,91% de chrome). En revanche, les teneurs en silicium, soufre, manganèse et molybdène sont plus élevées dans le fil avec 18,48% de chrome (X2CrNi 17-2). Les deux fils en Alliage 82 MIG NL 82/ QC7697 et MIG NL 82/ QG972 présentent une composition chimique équivalente. Les éléments d'addition tels que le niobium, le soufre, le silicium, le manganèse ou encore le titane jouent un rôle non négligeable dans la précipitation des carbures, oxydes et sulfures lors du soudage. Les différents précipités intergranulaires et intragranulaires dans les alliages 82 étudiés seront présentés dans le paragraphe II.5.

Les moules 5, 7 et 12 ont été utilisés afin de déterminer la composition chimique exacte du matériau après soudage. Des échantillons ont été prélevés dans le cœur de la zone fondue des joints soudés. Et les techniques d'analyse utilisées pour déterminer la composition chimique sont :

- la Spectrométrie d'Emission Optique (SEO) pour les éléments suivants : silicium, manganèse, nickel, fer, cuivre, chrome, niobium et titane ;
- la Spectrométrie d'Emission Plasma (SEP) pour le phosphore, le cobalt et le molybdène ;
- la Fusion Réductrice absorption Infrarouge (FRIR) pour l'oxygène ;
- la Combustion absorption Infrarouge (CIR) pour le carbone et le soufre.

Une comparaison entre la composition chimique du fil en Alliage 82 et celle de la soudure est exposée dans le Tableau II-3.

	Fil 1 : MIG NL 82/ QC 797		Fil 2 : MIG NL 82/ QG 972		Fil 3 : Gamma 4647	
Element	Composition Fournisseur	Composition CEP moule 5	Composition Fournisseur	Composition CEP moule 12	Composition Fournisseur	Composition CEP moule 7
Carbone	0,036	0,025 ±0,002	0,036	0,034 ±0,003	0,005	0,014 ±0,003
Soufre	0,001	<0,001	<0,001	<0,001	0,013	0,017
Silicium	0,06	0,07 ± 0,01	0,084	0,09 ±0,01	0,199	0,17 ±0,01
Manganèse	2,94	2,57 ±0,03	3	2,66 ±0,03	3,43	2,88 ±0,03
Nickel	72,7	71,7 ±0,5	72,5	71,8 ±0,5	73,63	72,9 ±0,5
Fer	1,27	3,07 ±0,03	1,33	2,93 ±0,03	0,433	2,3 ±0,03
Cuivre	0,01	<0,01	0,016	<0,01	-	<0,01
Chrome	19,9	19,12 ±0,25	19,91	19,02 ±0,25	18,48	18,15 ±0,25
Niobium	2,38	2,41 ±0,05	2,52	2,42 ±0,05	2,63	2,83 ±0,05
Titane	0,337	0,1 ±0,01	0,348	0,11 ±0,01	0,202	<0,01 ±0,01
Phosphore	0,003	0,004 ±0,001	0,003	0,002 ±0,001	0,002	0,002 ±0,001
Cobalt	0,0044	0,04 ±0,005	0,037	0,03 ±0,005	-	0,01 ±0,005
Molybdène	-	0,02 ±0,005	-	0,006 ±0,005	0,098	0,05 ±0,005
Oxygène	?	0,0016 ±0,0003	?	0,0012 ±0,0003	?	0,067 ±0,0003

Tableau II-3 : Comparaison entre la composition chimique en pourcentage massique du métal d'apport (fil) et la composition chimique mesurée dans la soudure

Parmi les éléments analysés, des différences non négligeables entre les teneurs en chrome, nickel et titane mesurées dans la soudure par rapport à celles des fils utilisés sont observées. La teneur en ces éléments est plus faible dans les moules.

Pour le chrome, il est connu que sa teneur influence la sensibilité à la CSC des alliages à base de nickel. L'étude réalisée par Yonezawa *et al.* [Yonezawa1988] a montré qu'une augmentation de 1% de la teneur en chrome d'un alliage à base de nickel avait un effet bénéfique sur la tenue en CSC en milieu primaire.

La teneur en chrome des moules étudiés (18,1% et 19,0%) se situe dans la plage basse de la spécification RCC-M de l'Alliage 82 (18% - 22%). Toutefois, suivant Yonezawa *et al.* [Yonezawa1988], cet écart devrait être suffisant pour observer des différences de tenue en CSC. En ce qui concerne la teneur en carbone, celle-ci est plus faible dans le cas de l'alliage présentant la plus faible teneur en chrome. Or, il a été mis en évidence dans la littérature que la teneur en carbone avait un effet non négligeable sur la précipitation [Sennour2013] et sur la tenue à l'amorçage des alliages 82 [Mullen1992]. Pour ces raisons, il est important de bien connaître la composition chimique des moules pour une meilleure interprétation des résultats.



### II.3 Prélèvement et mise en forme des éprouvettes U-bend

Les études d'amorçage de fissures par CSC peuvent être réalisées à l'aide de différentes géométries d'éprouvettes. Ces géométries sont, entre autres, des éprouvettes de traction lente (Slow Strain Rate Tensile) [Peng2003] [Vaillant2005], des éprouvettes U-bend ou Reverse U-bend (RUB) [Mullen1992], des éprouvettes C-ring [Pathania2002] ou encore des éprouvettes de traction en croix [Wehbi2014]. Dans notre étude, il a été choisi d'étudier l'amorçage de fissures par CSC sur une géométrie d'éprouvette U-bend. Ce type de géométrie ne nécessite pas de moyen d'essais mécaniques in-situ, plus lourd à instrumenter comme pour les éprouvettes de traction lente ou en croix. En effet, tout comme les éprouvettes C-ring et RUB, une déformation constante est appliquée sur les éprouvettes U-bend. De plus, la dimension des autoclaves permet d'introduire dans un même essai de 4 à plusieurs dizaines d'éprouvettes U-bend, suivant la capacité des autoclaves. La possibilité de mettre autant d'éprouvettes au cours d'un même essai permet d'obtenir, toute chose égale par ailleurs, des résultats statistiques. Il est aussi possible de comparer dans un même environnement des éprouvettes pour lesquelles d'autres paramètres varient : le chargement ou encore l'état de surface, par exemple [deCurière2010]. Les géométries de type C-ring et RUB n'ont pas été choisies car elles sont plus adaptées à l'étude des tubes, ce qui n'est pas notre cas.

Des plaquettes rectangulaires ont été prélevées dans les moules (Figure II-6). Les dimensions de ces plaquettes sont de 50 mm de long, 9 mm de large et 1,5 mm d'épaisseur. Des trous oblongs sont usinés aux extrémités des plaquettes pour insérer le dispositif d'application et de maintien de la charge au cours de l'essai de CSC.



Figure II-6 : Macrographie d'une plaquette prélevée dans un moule de soudure

Le prélèvement des éprouvettes a été réalisé suivant deux orientations : TL et TS. Le sens de prélèvement TL étête les dendrites tandis que le sens de prélèvement TS contient la direction principale de croissance des dendrites (Figure II-7). Les moules de soudure utilisés pour le prélèvement des éprouvettes sont les moules 7, 5 et 2, correspondant respectivement :

- à un alliage bas carbone (0,014%) et bas chrome (18%) soudé par FCAW et brut de soudage, noté moule A,
- à un alliage moyen carbone (0,025%) et moyen chrome (19%) soudé par GTAW et brut de soudage, noté moule B,
- et un alliage moyen carbone (0,025%) et chrome (19%) soudé par GTAW et traité thermiquement (7 h à 600 °C), noté moule B'.

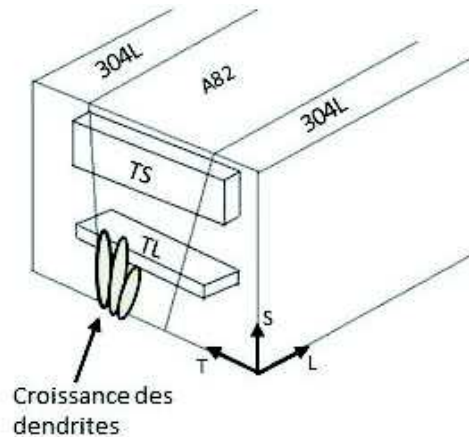


Figure II-7 : Schéma de prélèvement dans le cordons de soudure des éprouvettes TL et TS pour les caractérisations microstructurales et les essais d'amorçage (L direction de dépôt du cordon de soudure et T et S sont respectivement la largeur et la hauteur du cordon de soudure)

Après leur prélèvement par électroérosion, les plaquettes sont ensuite polies sur chaque face afin d'enlever la couche écrouie et polluée issue de l'opération de découpe réalisée dans des bains lubrifiés. Un polissage mécanique de finition est réalisé sur la surface d'intérêt, qui sera soumise au chargement de traction (face externe du U) lors de l'opération de mise en forme de U et l'essai de CSC. Les opérations de polissage mécanique consistent en une succession de polissages aux papiers SiC du grade 500 au grade 2400 suivie, pour la face d'intérêt, de polissages plus fins à la pâte diamantée présentant une granulométrie de 6  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  et 1  $\mu\text{m}$  respectivement. Afin de caractériser l'influence de l'état de surface, deux types de finition ont été ajoutés sur une partie des éprouvettes: un polissage OPS ou un grenailage. En effet, nous avons vu dans le Chapitre I que la présence d'une couche écrouie plus ou moins épaisse en surface pouvait modifier la sensibilité à la CSC de l'alliage. Le grenailage a été mis en œuvre par la société Sonats® suivant le procédé STRESSONIC®, qui a pour principe de projeter des billes en céramique sur la surface de l'éprouvette à l'aide d'un ensemble générant des vibrations ultrasonores. L'épaisseur de la zone écrouie a été mesurée par rayons X. Son épaisseur est de 120  $\mu\text{m}$  avec une contrainte en surface de compression estimée à -800 MPa.

Après les préparations de surface et les caractérisations réalisées sur les plaquettes, celles-ci sont ensuite mises en forme de « U » par une opération de matriçage (Figure II-8).

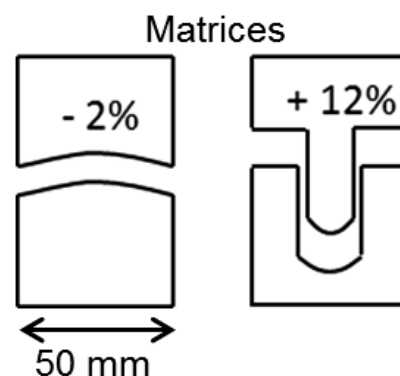


Figure II-8 : Schéma des matrices utilisées pour la mise en forme des éprouvettes U-bend pour une déformation de -2% ou +12% et pour une épaisseur de plaquettes de 1,5 mm

Le trajet de chargement réalisé sur les plaquettes pour la mise en forme de « U » est de deux types : direct ou complexe. Le trajet de chargement direct consiste en une seule étape de mise en forme par matriçage avec une valeur finale de déformation macroscopique à l'apex de 12%. Le trajet de chargement complexe consiste en deux étapes : une première étape conduisant à une déformation macroscopique de l'éprouvette de -2% dans une direction suivie d'une

deuxième étape dans la direction opposée pour obtenir +12% de déformation macroscopique au niveau de son apex. Dans ce dernier cas, la zone la plus déformée à l'apex a été successivement soumise à une sollicitation de compression puis de traction, d'où le nom de trajet de chargement complexe. La déformation appliquée au niveau de l'apex des éprouvettes est une déformation théorique calculée d'après l'épaisseur des plaquettes à déformer et du rayon de courbure final. Les formules utilisées sont explicitées en annexe 3.

Après la mise en forme, les plaquettes en forme de « U » sont montées sur une tige filetée en acier inoxydable avec des pièces d'isolation en zirconium oxydé pour éviter un éventuel couplage galvanique lors des essais de CSC. Un ressort en inconel X750 d'une constante de raideur de 23,11 N/mm est ajouté pour maintenir une force constante au cours de l'essai (Figure II-9). L'inconel X750 est utilisé pour sa bonne résistance à la corrosion et sa bonne tenue en température avec notamment un coefficient de dilatation thermique faible, ce qui permet de maintenir la charge appliquée pendant la mise en place des éprouvettes sans introduire involontairement de chargement supplémentaire sur celles-ci qui serait dû à la dilatation du ressort.

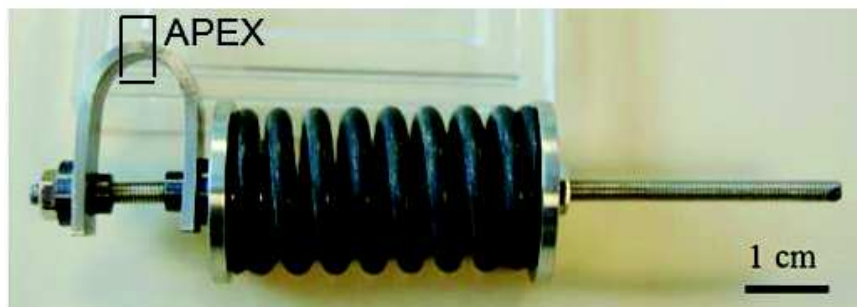


Figure II-9 : Macrographie du dispositif U-bend

Un tableau récapitulatif des éprouvettes U-bend ainsi mises en forme pour les essais d'amorçage est donné en annexe 4.

## II.4 Caractérisation de la microstructure : morphologie et orientations cristallographiques des grains

Dans ce paragraphe, la caractérisation de la microstructure commence par une étude en microscopie optique du fait de la taille des passes de soudage, suivie d'une analyse au MEB avec l'utilisation de l'EBSD (Electron Back-Scattered Diffraction) pour décrire la morphologie et les orientations cristallographiques des grains.

### II.4.1 Observations en microscopie optique

La microstructure, qui résulte de la solidification des alliages à base de nickel soudés, est constituée de grains colonnaires composés de paquets de dendrites faiblement désorientées les unes par rapport aux autres. La Figure II-10 (a.) met ainsi en évidence la croissance perpendiculaire des grains colonnaires dendritiques par rapport à la ligne de fusion et comme attendue vis-à-vis du gradient thermique. La Figure II-10 (b.) permet d'observer les dendrites (contraste foncé) et les espaces interdendritiques (contraste clair) après un traitement thermique de 600 °C pendant quelques heures.



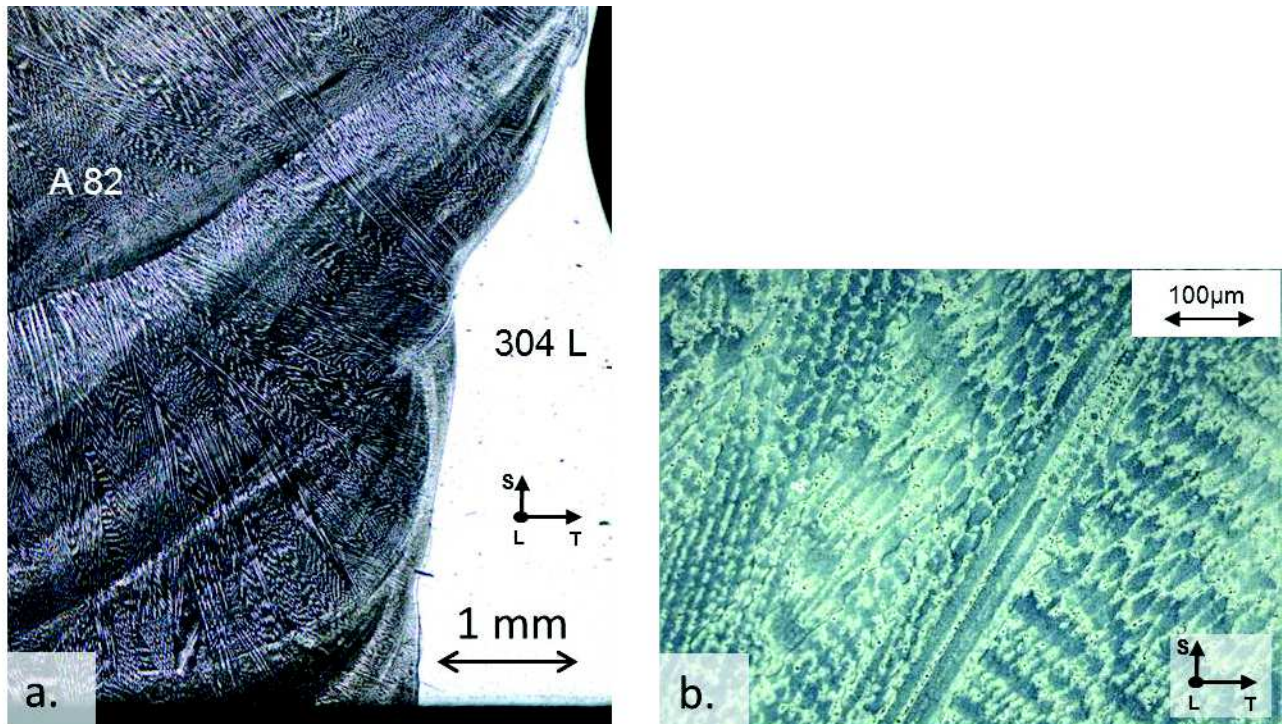


Figure II-10 : Observations par microscopie optique de la microstructure dendritique de l'Alliage 82 soudé du moule A après un polissage mécanique et un polissage électrolytique de 5 V pendant 15 secondes en (a.) et du moule 12 (semblable au moule B) après traitement thermique à 600 °C pendant quelques heures en (b.)

Les grains colonnaires dendritiques ont une taille millimétrique, voire centimétrique, suivant le plan de prélèvement des éprouvettes dans le cordon de soudure. Les observations faites en microscopie optique après un polissage électrolytique (5 V pendant 15 secondes) ont permis de mettre en évidence les empilements des passes de soudage et révéler les grains composés de paquets de dendrites traversant plusieurs passes de soudage (Figure II-11).

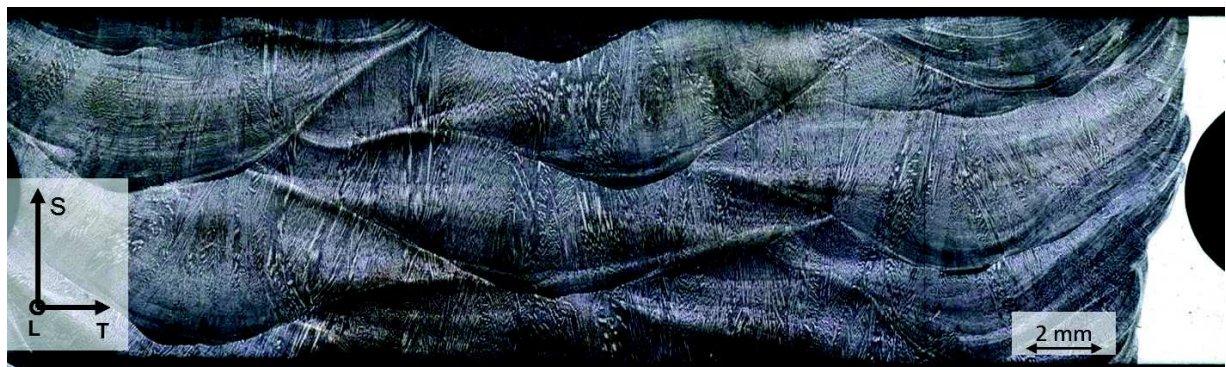


Figure II-11 : Observation par microscopie optique des passes de soudage et des dendrites traversant plusieurs passes sur une éprouvette prélevée dans le moule A, dans le sens TS, après polissage mécanique, de finition et électrolytique

#### II.4.2 Analyse de la microstructure par EBSD : morphologie et orientations cristallographiques des grains

Pour caractériser la morphologie et les orientations cristallographiques de la microstructure, des analyses EBSD ont été réalisées. La structure cristalline des alliages à base de nickel soudés est de type cubique à faces centrées de paramètre de maille  $a = 0,3546 \text{ nm}$  à la température ambiante.

Les analyses EBSD ont été réalisées suivant les deux plans de prélèvement : TL et TS (Figure II-7) et sur les trois types de moule (A, B et B') utilisés pour la réalisation des éprouvettes U-bend. Les analyses EBSD sont effectuées à l'aide d'un Microscope Electronique à Balayage FEI QUANTA 600 FEG équipé d'une camera Nordlys et du système d'acquisition AZtec. Les conditions d'analyse sont :

- Angle de tilt : 70°
- Distance de travail (WD) : 20 mm
- Tension d'accélération : 20 KeV
- Pas de mesure : 7  $\mu\text{m}$
- Taille de spot 4 et utilisation du diaphragme 3 correspondant à un courant de faisceau de 1,95 nA.

Afin d'analyser l'ensemble de la soudure, le programme d'acquisition, associé au logiciel d'analyses EBSD, permet de piloter la platine et donc d'automatiser l'acquisition de plusieurs cartographies afin de balayer l'ensemble de la soudure. Les aires moyennes des cartographies sont d'environ 150 mm<sup>2</sup> pour les plaquettes du plan TL et d'environ 240 mm<sup>2</sup> pour les plaquettes du plan TS. Le Tableau II-4 récapitule les éprouvettes qui ont été analysées dans chaque moule suivant le sens de prélèvement dans la soudure.

Moule	Procédé de soudage	Etat métallurgique	Teneur en chrome et carbone	Sens de prélèvement	
				TL	TS
Moule 7/moule A	FCAW	Brut de soudage	18% Chrome 0,014% Carbone	EP990 EP991 EP992 EP993	EP1291
Moule 5/moule B	GTAW	Brut de soudage	19% Chrome 0,025% Carbone	EP921 EP922	EP1311
Moule 2/moule B'	GTAW	Traité thermiquement	19% Chrome 0,025% Carbone	EP899 EP900	EP1313

Tableau II-4 : Récapitulatif des éprouvettes analysées par EBSD

L'exploitation des analyses EBSD permet d'obtenir des informations statistiques sur la morphologie (taille, facteur de forme des grains) et sur les orientations cristallographiques des grains qui composent la zone fondue de la soudure (suivant les angles d'Euler ou la figure de pôles inverse, IPF).

Les cartographies réalisées sur les échantillons présentés dans le Tableau II-4 se trouvent en annexe 5. Toutefois, la Figure II-12 présente une cartographie pour chaque moule et chaque plan de prélèvement (TL et TS). Les cartographies représentent l'orientation de l'axe S du repère macroscopique dans le repère associé au triangle standard associé aux figures de pôles inverses. Les figures de pôle y ont été associées afin de caractériser la texture cristallographique. Toutes les cartographies sont représentées à des échelles équivalentes. Les autres axes de référence (L et T) ont également été traités. Toutefois, ces représentations ont été jugées non pertinentes et ne sont donc pas présentées dans ce manuscrit.

L'exploitation des deux plans de prélèvement permet d'avoir une caractérisation statistique en 3 dimensions des microstructures. Nous supposons que l'analyse du plan LS est équivalente à celle du plan TS.



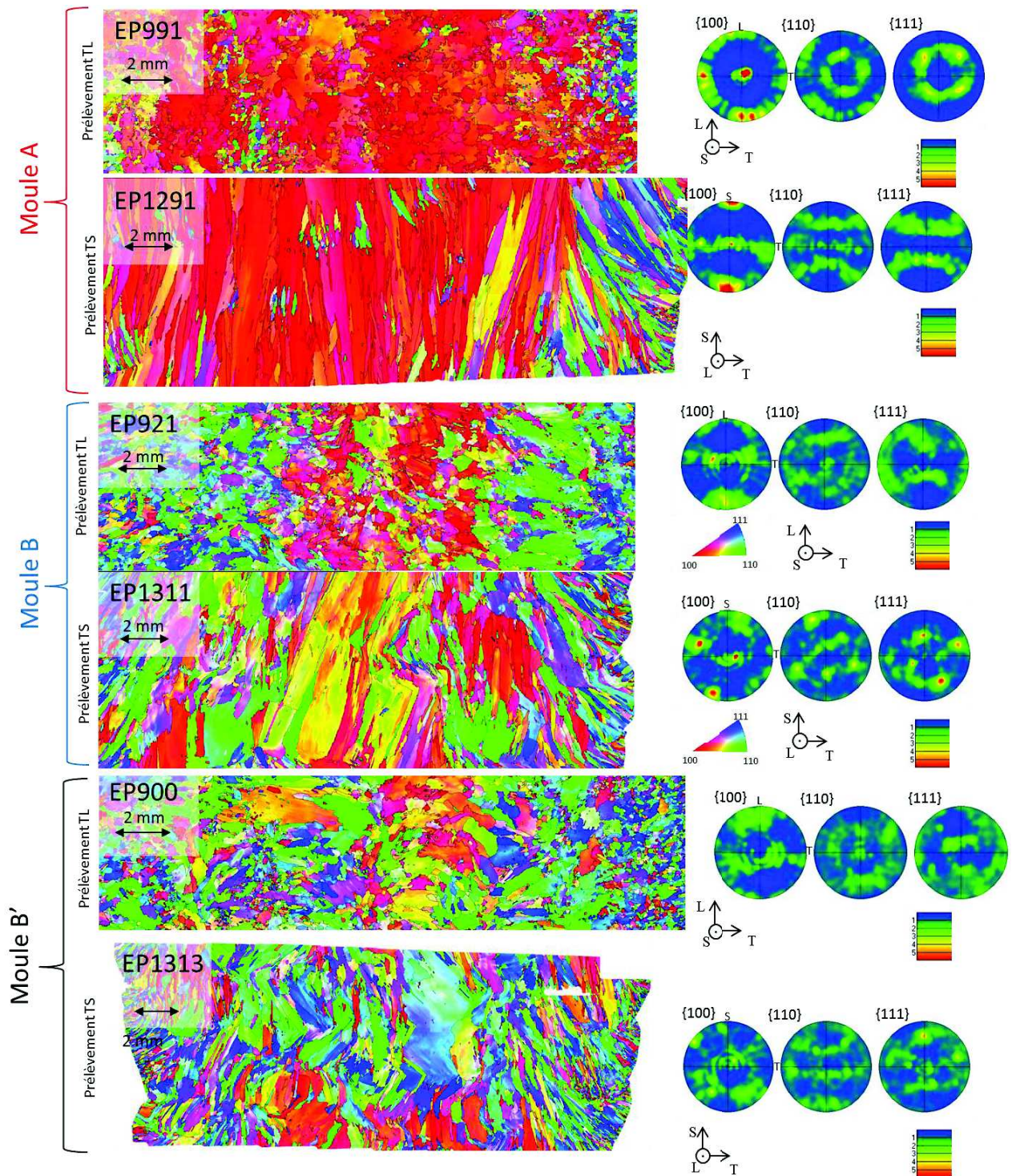


Figure II-12 : Cartographies EBSD représentant l'axe S avec le code couleur des figure de pôles inverses, des éprouvette EP991 et EP1291 du moule A, EP921 et EP1311 du moule B et EP899 et EP1313 pour le moule B', avec les figures de pôles associées à la cartographie à droite

#### II.4.2.1 Nature des joints de grains

Les joints de grains sont déterminés par une désorientation angulaire, entre deux points consécutifs, supérieure ou égale à  $15^\circ$ . La nature des joints de grains avec une désorientation supérieure ou égale à  $15^\circ$  peut être de deux types : soit un joint de grains général (HAGB), soit un joint de grains spécial (CSL). Les analyses EBSD réalisées sur 11 éprouvettes

prélevées dans les moules A, B et B' et dans les deux plans de prélèvement (TL et TS) ont mis en évidence que la majorité des joints de grains sont de nature HAGB. En effet, parmi les joints de grains ( $>15^\circ$ ), en moyenne 88% sont des joints de grains généraux et 12% sont des joints de grains spéciaux (Tableau II-5).

Les joints de grains spéciaux sont en majorité de type  $\Sigma 3$  dans le cas des éprouvettes prélevées dans les moules B et B' (Figure II-13), et de type  $\Sigma 5$  pour les éprouvettes prélevées dans le moule A (Figure II-14). Une exception a été observée sur l'EP921 du moule B prélevée dans le plan TL puisqu'elle présente une majorité de  $\Sigma 5$  parmi les joints de grains spéciaux.

En ce qui concerne l'orientation des joints de grains par rapport à l'axe de sollicitation, la bibliographie a montré que les joints de grains les plus favorables à l'ouverture en mode I sont les joints de grains perpendiculaires à l'axe de sollicitation [Scott2007]. Les joints de grains orientés à  $90^\circ \pm 20^\circ$  par rapport à l'axe de sollicitation (axe T) ont donc été identifiés. Il apparaît que le pourcentage de joints de grains perpendiculaires à l'axe de sollicitation dans le plan de prélèvement TS est plus élevé que dans le plan de prélèvement TL, et ce pour les trois moules de l'étude. Les longueurs moyennes des joints de grains perpendiculaires à l'axe de sollicitation (T) sont également plus élevées dans les plans TS d'un facteur 8, 3 et 4 respectivement pour les moules A, B et B' (Tableau II-6). Cette constatation laisse supposer que les fissures des éprouvettes prélevées dans le plan TS seront plus longues et que ces éprouvettes sont statistiquement plus favorables à l'amorçage de fissures en CSC.

			Joints de grains généraux HAGB (%)	Joints de grains spéciaux CSL (%)
Moule A	TL	EP990	88,1	11,9
		EP991	94,9	5,1
		EP992	88,9	11,1
		EP993	87,8	12,2
	TS	EP1291	88,4	11,6
Moule B	TL	EP921	88,2	11,8
		EP922	87,4	12,6
	TS	EP1311	87,0	13,0
Moule B'	TL	EP899	87,3	12,7
		EP900	85,6	14,4
	TS	EP1313	86,6	13,4

Tableau II-5 : Pourcentage de joints de grains généraux et spéciaux (dont l'angle de désorientation est  $>15^\circ$ ) pour chaque éprouvette analysée par EBSD



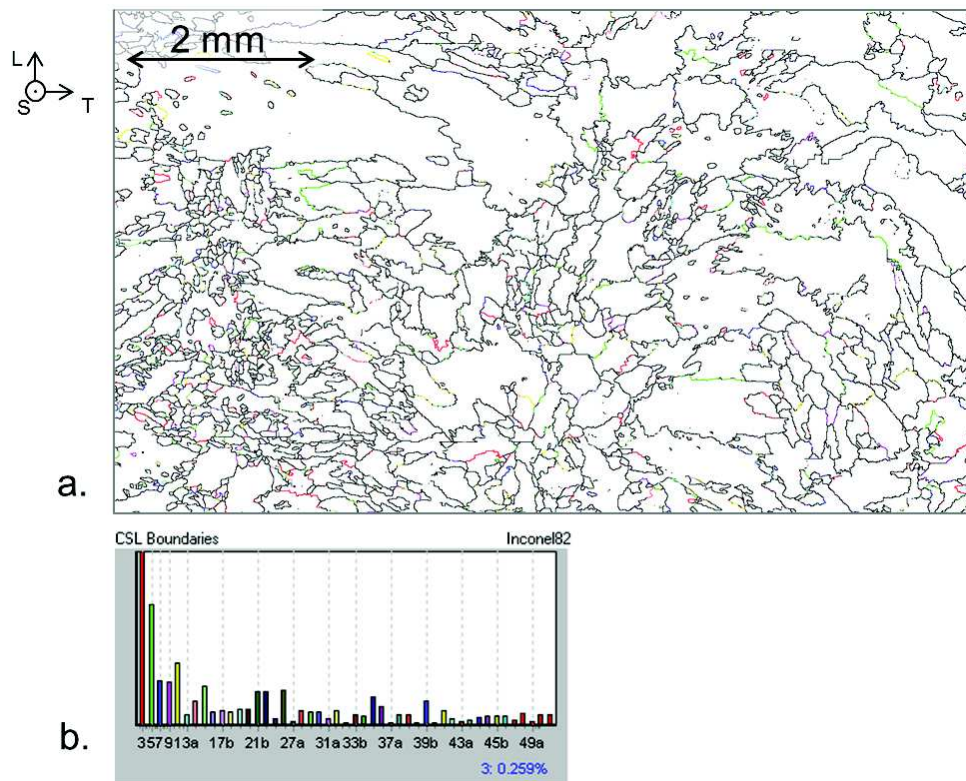


Figure II-13 : (a.) Analyse EBSD de l'EP900 du moule B' avec les joints de grains généraux en noir et les joints de grains spéciaux en couleur (b.) histogramme de répartition montrant une majorité de  $\Sigma 3$

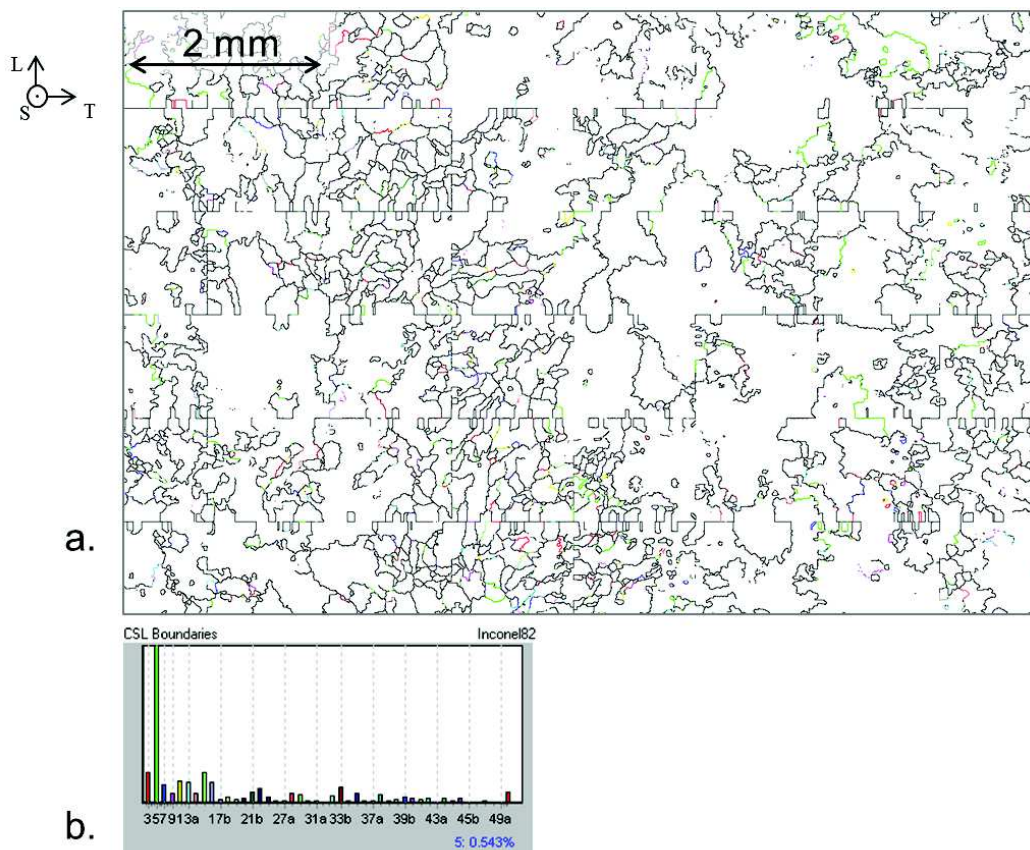


Figure II-14 : (a.) Analyse EBSD de l'EP991 du moule A avec les joints de grains généraux en noir et les joints de grains spéciaux en couleur (b.) histogramme de répartition montrant une majorité de  $\Sigma 5$

			Pourcentage de joint de grains perpendiculaires à l'axe de sollicitation	Taille moyenne ( $\mu\text{m}$ )
Moule A	TL	EP990	19,61	298,48
		EP991	24,79	298,57
		EP992	15,13	286,27
		EP993	23,34	230,31
	TS	EP1291	53,75	2332,12
Moule B	TL	EP921	13,69	243,50
		EP922	13,68	231,92
	TS	EP1311	37,36	810,77
Moule B'	TL	EP899	12,89	323,33
		EP900	14,71	246,20
	TS	EP1313	41,82	1263,34

Tableau II-6 : Pourcentage de joints de grains à  $90^\circ \pm 20^\circ$  par rapport à l'axe de sollicitation et leur taille moyenne ( $\mu\text{m}$ )

#### II.4.2.2 Morphologie des grains

Concernant la morphologie des grains, les résultats exploitables de chaque cartographie sont, entre autres : l'aire, le diamètre au sens du cercle équivalent et le facteur de forme défini à l'aide d'une ellipse équivalente associée à chaque grain détecté. Les grains sont définis comme un ensemble continu de pointés/pixels dont la désorientation est inférieure  $15^\circ$ .

Le diamètre correspond à celui d'un cercle d'aire égale à l'aire du grain. Le facteur de forme correspond au rapport  $b/a$ , avec  $a$  et  $b$ , respectivement, le plus petit et le plus grand axe de l'ellipse de même aire que le grain et maximisant la surface de recouvrement.

Les cartographies, présentées en Figure II-12, présentent les morphologies et les orientations cristallographiques suivant le code couleur des figures de pôles inverse associées à l'axe S, d'une éprouvette de chaque moule et de chaque prélèvement (TL et TS). Dans ce paragraphe, il n'est traité que la morphologie des grains. Visuellement, la morphologie des grains est plutôt équiaxe dans le sens de prélèvement TL et plutôt allongée suivant la direction S dans le sens TS. Sur la Figure II-12, il est possible d'observer des grains dans le plan TS dont la longueur atteint plusieurs millimètres, soit la largeur de l'éprouvette prélevée.

Afin de caractériser de façon plus statistique la taille et l'hétérogénéité de taille de grains, les distributions des aires et des facteurs de forme sont présentés respectivement sur les Figure II-15 et Figure II-16 avec la moyenne et l'écart type associés à chaque distribution.

Concernant la taille de grain, l'histogramme de la Figure II-15 montre que :

- la majorité des grains ( $\approx 80\%$ ) présente une aire  $\leq 50\,000\,\mu\text{m}^2$ , ce qui équivaut à un diamètre équivalent de grains de  $250\,\mu\text{m}$  ( $\approx 40\%$  entre  $36\,\mu\text{m}$  et  $80\,\mu\text{m}$  de diamètre et  $\approx 40\%$  entre  $80\,\mu\text{m}$  et  $250\,\mu\text{m}$  de diamètre),
- une part non négligeable, proche de  $20\%$ , des grains présente des aires  $> 50\,000\,\mu\text{m}^2$  et certains grains présentent des aires de l'ordre de  $1$  à  $5\,\text{mm}^2$ ,
- les écarts-types sont également élevés et mettent en évidence l'hétérogénéité de taille de grains
- dans le plan TS, les grains présentent une taille plus élevée que dans le plan TL, mettant ainsi en évidence une anisotropie morphologique.

En annexe 6 sont reportées les distributions aires de l'ensemble des éprouvettes analysées suivant les prélèvements TL et TS.

La comparaison des moules A et B met en évidence que la taille moyenne des grains du moule A est plus élevée dans le plan TS (barreaux hachurés) mais plus faible dans le plan TL (barreaux pleins) vis-à-vis de la taille moyenne des grains du moule B. La comparaison entre les moules B et B' met en évidence une taille de grains plus faible dans le cas du moule B'. Le traitement thermique semble avoir une influence en diminuant la taille des grains dans les deux plans de prélèvement. Toutefois, la distribution entre les éprouvettes issues des deux moules (B et B') est assez comparable.

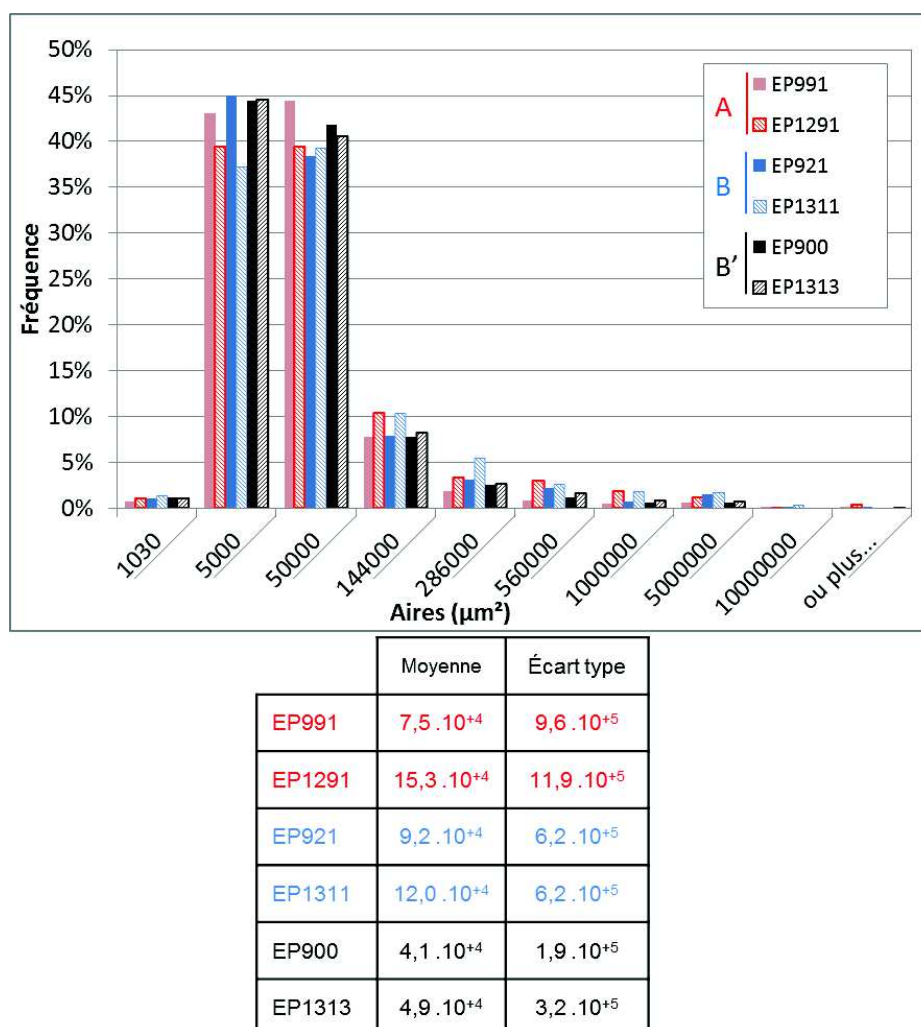


Figure II-15 : Distributions des aires des éprouvettes EP991 et EP1291 du moule A en rouge, EP921 et EP1311 du moule B en bleu, EP900 et EP1313 du moule B' en noir, dans le plan de prélèvement TL (barreaux pleins) et TS (barreaux hachurés) avec la moyenne et de l'écart-type de chaque distribution dans le tableau

La Figure II-16, représentant les distributions des facteurs de forme sur les mêmes éprouvettes que celles traitées dans le paragraphe précédent, met en évidence :

- des grains plus allongés dans le plan de prélèvement TS que dans le plan TL,
- des écarts-types plus élevés dans le plan TS que dans le plan TL, traduisant alors une hétérogénéité plus élevée dans le plan TS que dans le plan TL, quel que soit le type de moule.

En annexe 7 sont reportées les distributions des facteurs de forme de l'ensemble des éprouvettes analysées suivant les prélèvements TL et TS.

La différence entre les moules A et B met en évidence des grains légèrement plus équiaxes dans le plan TL et plus allongés dans le plan TS pour le moule A. Le traitement thermique



(moule B') semble avoir un faible effet sur le facteur de forme des grains dans le plan de prélèvement TS mais pas dans le plan TL.

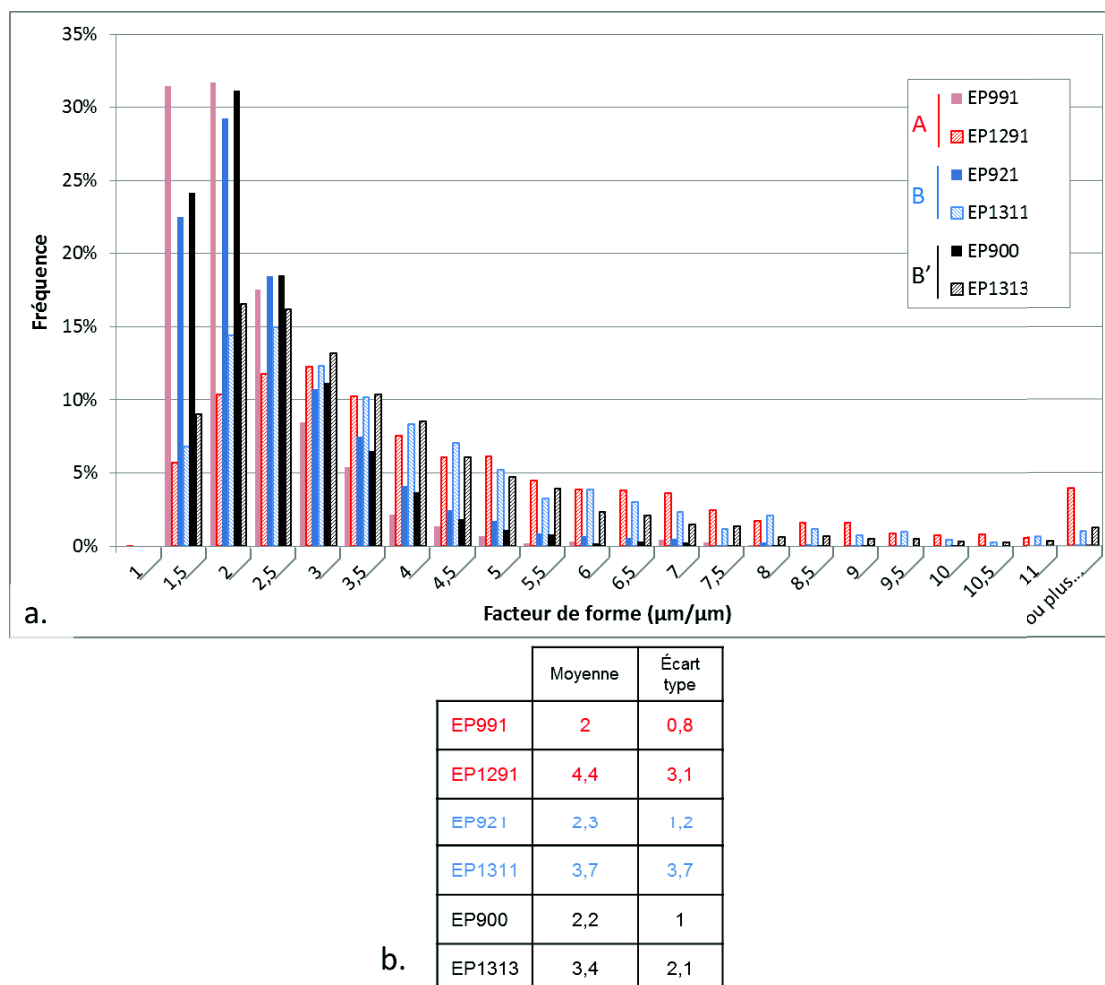


Figure II-16 : (a.) Distributions des facteurs de forme des éprouvettes EP991 et EP1291 du moule A en rouge, EP921 et EP1311 du moule B en bleu, EP900 et EP1313 du moule B' en noir, dans le plan de prélèvement TL (barreaux pleins) et TS (barreaux hachurés) avec en (b.) le tableau de la moyenne et de l'écart-type de chaque distribution

Ces graphiques montrent que les répartitions d'aires et de facteur de forme des grains sont semblables entre les différentes éprouvettes d'un même moule et suivant le même plan de prélèvement. De ce point de vue, les dimensions des éprouvettes permettent donc d'étudier un comportement moyen pour chaque moule vis-à-vis du plan de prélèvement.

Cependant, sur les analyses EBSD des éprouvettes du moule A : EP991, EP992 et EP993, certains petits grains présentent des orientations cristallines différentes de la texture cristallographique globale. En effet, ces grains présentent des directions  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  parallèle à l'axe S, soit les mêmes orientations cristallologiques que celles des grains analysés près de la ligne de fusion avec le métal de base. Ces petits grains d'orientations cristallines différentes de la texture globale pourraient être associés à la quantité de petits grains avec des diamètres équivalents inférieurs à  $250 \mu\text{m}$  (aire de  $50\,000 \mu\text{m}^2$ ). Or, l'analyse de la position des grains présentant un diamètre équivalent inférieur à  $250 \mu\text{m}$  sur l'ensemble des éprouvettes a mis en évidence une homogénéité de répartition sur l'ensemble des zones analysées et sans orientations cristallologiques préférentielles dans les deux plans de prélèvement (Figure II-17). Toutefois, quelques clusters de petits grains peuvent être localisés dans des zones de pied de passe de soudage. Ces clusters sont caractérisés par plusieurs amas de petits grains, d'un nombre  $\geq 4$ , distants de moins de  $500 \mu\text{m}$  les uns des autres. Ces

clusters de petits grains sont plus visibles sur les éprouvettes prélevées dans le moule A car ces zones présentent des orientations différentes de celles observées sur l'ensemble des cartographies.

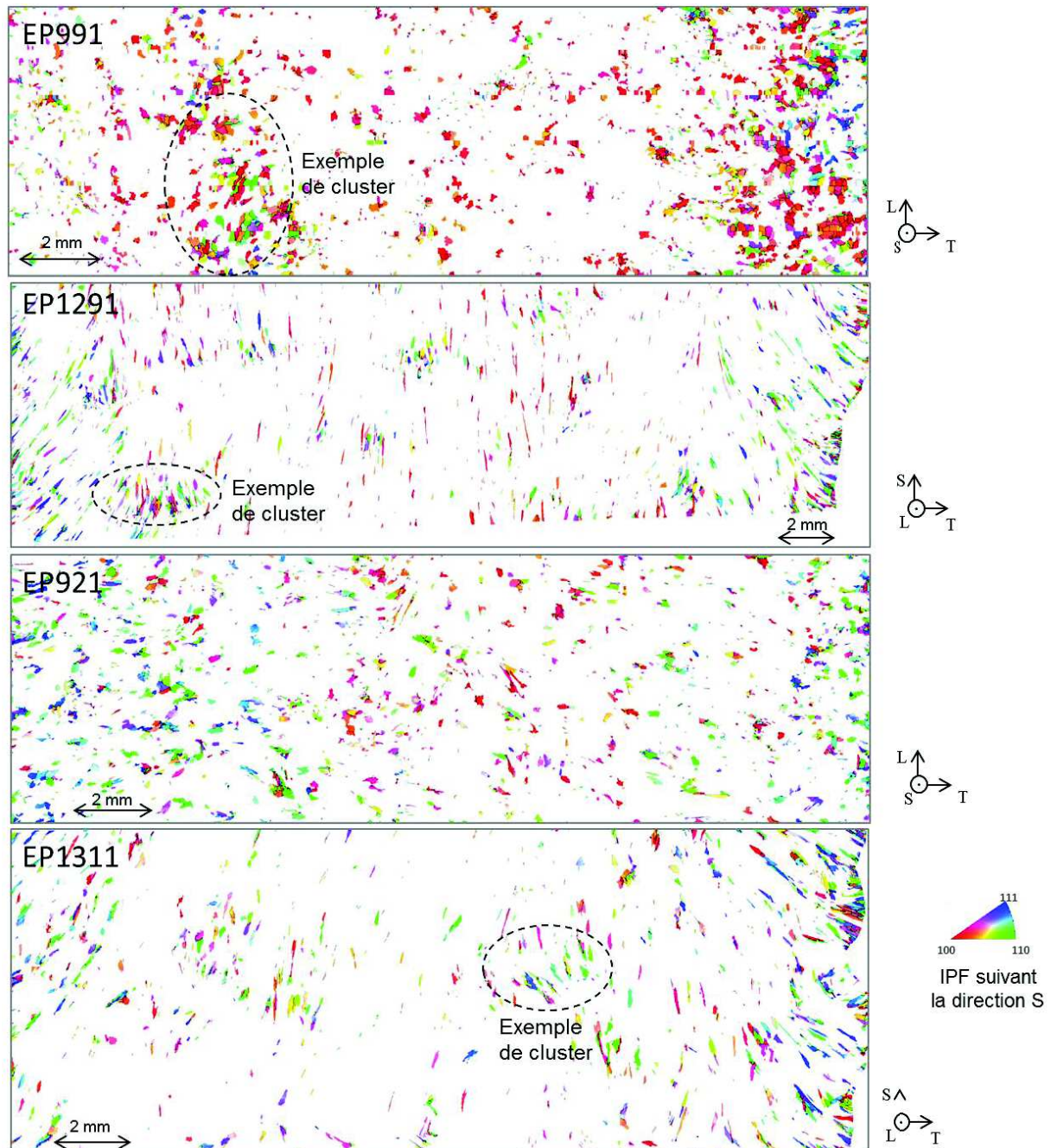


Figure II-17 : Localisation des grains présentant un diamètre équivalent inférieur à 250  $\mu\text{m}$  sur les éprouvettes du moule A EP991 (TL) et EP1291 (TS) et sur les éprouvettes du moule B EP921 (TL) et EP1311 (TS)

#### II.4.2.3 Analyse des orientations cristallographiques

Rappelons que les alliages à base de nickel ont une structure cristallographique de type cubique à face centrée avec comme paramètre de maille  $a = 0,3546 \text{ nm}$  à température ambiante. Les analyses EBSD, présentées dans l'annexe 5 et sur la Figure II-12, mettent en évidence des orientations cristallographiques préférentielles semblables dans les plans TL et TS.

Les deux premières cartographies de la Figure II-12, issues du moule A, mettent en évidence une texture cristallographique à la fois isotrope transverse pour les deux sens de prélèvement avec une orientation supplémentaire cubique avec les directions  $\langle 100 \rangle$  colinéaires à l'axe de croissance des dendrites (S) dans le sens de prélèvement TL. Les zones proches de la ligne de fusion, donc proches du métal de base, présentent des orientations cristallographiques différentes avec les directions  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  parallèles à l'axe S. Dans ces zones, les directions  $\langle 100 \rangle$  sont tout de même parallèles à l'axe de croissance des grains dendritiques. La texture cristallographique observée sur les figures de pôles de ces « sous-zones » met en évidence une texture dont la direction  $\langle 100 \rangle$  dévie d'environ  $45^\circ$  par rapport à l'axe S. Ceci peut s'expliquer par la modification de l'orientation des champs de gradients thermiques à proximité des interfaces.

Ces cartographies mettent également en évidence la croissance par épitaxie des grains d'une passe de soudage à l'autre avec les directions  $\langle 100 \rangle$  des cristaux colinéaires à l'axe S, axe préférentiel de croissance des dendrites.

Les deux cartographies au centre de la Figure II-12 présentent les résultats des analyses EBSD des éprouvettes du moule B. Les figures de pôles ne mettent pas en évidence de textures cristallographiques très marquées. Une exception est constatée sur l'EP1311 qui présente une texture cristallographique sur la cartographie générale. Cette exception est due au fait que la surface analysée était constituée d'un grain de très grande taille par rapport à la population moyenne et qui donc est prépondérant lors de l'analyse moyenne de l'orientation cristallographique.

Toutefois, les éprouvettes du moule B présentent des textures locales (sous-zones) du même type que celles observées sur le moule A, soit isotrope transverse et cubique avec les directions  $\langle 100 \rangle$  comme le montre la Figure II-18 avec la sous-zone centrale. Les analyses EBSD réalisées sur les éprouvettes du moule B présentent également des zones au bord de la soudure (proche du métal de base) présentant une orientation cristallographique privilégiée avec les directions  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$  parallèles à l'axe S.

Les analyses réalisées sur le moule B' (Figure II-12 et en annexe 5), ne mettent pas en évidence de texture cristallographique marquée sur les cartographies globales. De légères textures cristallographiques locales peuvent toutefois être observées, celles-ci ne sont pas aussi marquées que celles mises en évidence sur les éprouvettes du moule B (annexe 5).

La croissance en épitaxie est également constatée dans les moules B et B' sans présenter d'orientation cristallographique préférentielle.

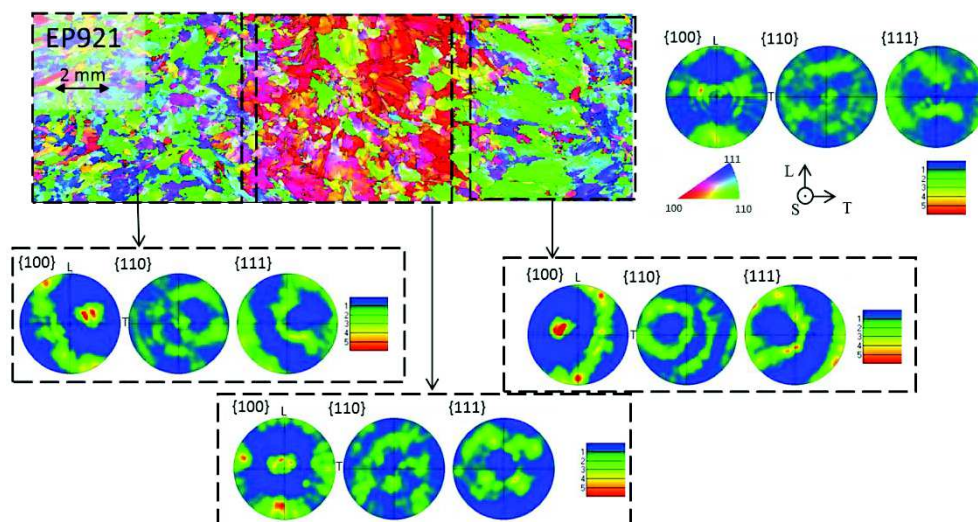


Figure II-18 : Cartographie EBSD de l'éprouvette EP921 prélevée dans le plan TL du moule B avec le code couleur des figures de pôles inverses suivant l'axe S, avec la figure de pôles de la cartographie globale à droite et les figures de pôles des sous-zones correspondantes entourées en pointillés



Les orientations cristallographiques issues des cartographies EBSD ont mis en évidence une différence de texture entre le moule A et le moule B. En effet, le moule A présente clairement une texture cristallographique avec la famille de direction  $\langle 100 \rangle$  de la majorité des grains parallèle à l'axe S tandis que le moule B ne présente pas de texture cristallographique globale mais locale du même type que celle observée sur le moule A.

Le traitement thermique ne semble pas avoir d'effet sur les orientations cristallographiques puisque dans les deux cas, brut de soudage et traité thermiquement, l'alliage ne présente pas de texture cristallographique à l'échelle macroscopique mais des textures locales qui sont plus marquées dans l'alliage brut de soudage.

#### **II.4.2.4 Bilan des analyses EBSD sur la morphologie et les orientations cristallographiques**

La microstructure résultant de la solidification de l'alliage à base de nickel, Alliage 82, après l'opération de soudage est une microstructure complexe composée de grains colonnaires, composés eux-mêmes de paquets de dendrites faiblement désorientées les unes par rapport aux autres. Les analyses EBSD ont confirmé la taille millimétrique de la microstructure et son hétérogénéité, avec des aires de certains grains pouvant être comprises entre 1 et 5 mm<sup>2</sup> ainsi qu'une quantité élevée de petits grains de diamètre équivalent inférieur à 250 µm répartis sur l'ensemble des zones analysées. Quelques clusters peuvent être associés à des zones de pieds de passes de soudage. Certains grains, notamment dans le plan TS, ont une longueur de plusieurs millimètres. Ils croissent en relation d'épitéxie et traversent alors plusieurs passes de soudage. Par ailleurs, il a été observé dans tous les cas une morphologie de grains plutôt « équiaxe » dans le plan de prélèvement TL et plutôt allongée dans le plan de prélèvement TS. Les orientations cristallographiques sont cohérentes entre les deux plans de prélèvements pour chaque type de moule. Concernant la nature des joints de grains, les joints de grains généraux (HAGB) sont systématiquement majoritaires. Les joints de grains spéciaux sont principalement de type  $\Sigma 3$  pour les moules B et B' et de type  $\Sigma 5$  pour le moule A. Par ailleurs, les éprouvettes prélevées dans le plan TS présentent de plus longs et plus nombreux joints de grains perpendiculaires à l'axe de sollicitation que les éprouvettes prélevées dans le plan TL.

Le moule A soudé par le procédé FCAW avec le métal d'apport de teneurs en chrome et en carbone plus faibles (respectivement 18% et 0,014%) est composé de grains fortement allongés avec un facteur de forme moyen de 4,4 et une aire moyenne de 153 000 µm<sup>2</sup> dans le plan de prélèvement TS et un facteur de forme moyen de 2 avec une aire moyenne de 75 000 µm<sup>2</sup> dans le plan de prélèvement TL. De plus, une texture cristallographique a été observée avec les directions  $\langle 100 \rangle$  des grains colinéaires à l'axe de croissance des dendrites (l'axe S) avec des textures de type isotrope transverse et cubique. Ce type de texture a été de nombreuses fois observées dans la littérature ([David2003], [Lim2009] et [Scott2005]).

Le moule B soudé par le procédé GTAW avec le métal d'apport de teneurs moyennes en chrome et en carbone (respectivement 19% et 0,025%) a présenté en moyenne des grains moins allongés et plus petits que le moule A avec un facteur de forme moyen de 3,7 et une aire moyenne de 120 000 µm<sup>2</sup> dans le plan de prélèvement TS et des grains moins équiaxes mais plus gros dans le plan de prélèvement TL avec un facteur de forme moyen de 2,3 avec une aire moyenne de 92 000 µm<sup>2</sup>. Cependant, contrairement au moule A, le moule B ne présente pas de texture cristallographique à une échelle globale mais à une échelle locale du même type que celle observée sur le moule A (soit avec les directions  $\langle 100 \rangle$  des cristaux parallèles à l'axe de croissance des dendrites)

Il a été vu dans la littérature, notamment en ce qui concerne la morphologie, que la microstructure à l'issue de la solidification après le soudage dépendait de plusieurs paramètres tels que ceux liés à la source de chaleur et à la vitesse de soudage ([Cazes1995], [David2003], [Hanninen2006] et [Robin2009]). En effet, ces paramètres influent sur la vitesse de croissance et de solidification des dendrites [David2003] [Hanninen2006]. Ceci peut donc expliquer l'observation des grains légèrement plus allongés dans le plan de prélèvement TS du moule

A par rapport au moule B en raison de la vitesse d'avance du cordon qui est plus rapide pour le procédé FCAW du moule A que pour le procédé GTAW du moule B.

Le traitement thermique semble avoir un effet sur la morphologie. En effet, la taille de grains est en moyenne plus faible dans les deux plans de prélèvement pour le moule B' traité thermiquement que pour le moule B brut de soudage et présente une hétérogénéité de grains plus faible (écart-type plus faible). De plus, la forme des grains du moule B' est légèrement plus équiaxe que celle du moule B suivant le plan de prélèvement TS. Toutefois, l'effet du traitement thermique présente un effet moins marqué sur les orientations cristallographiques puisque dans les deux cas (brut de soudage et traité thermiquement), l'A82 ne présente pas de texture globale. Une très légère différence de microstructure, vis-à-vis de la morphologie et des orientations cristallographiques, est donc observée après le traitement thermique.

La Figure II-19 met en évidence de manière graphique et simplifiée les différences de morphologie et d'orientations cristallographiques moyennes entre les moules A, B et B'.

Revenons tout de même aux corrélations entre la taille de la microstructure et les orientations cristallographiques des moules de soudures. En effet, certains grains atteignent une longueur de plusieurs millimètres quel que soit le plan de prélèvement. Ils traversent plusieurs passes de soudage. Pour les trois moules et suivant le plan de prélèvement, la morphologie et l'orientation cristallographique sont similaires quelle que soit l'éprouvette caractérisée. Toutefois, l'hétérogénéité de taille de grains a été observée dans l'ensemble des moules avec des écarts-types élevés dont la distribution est semblable quelle que soit l'éprouvette pour un même moule. La zone analysée de chaque éprouvette est du même ordre de grandeur que le VER (de l'ordre du  $\text{cm}^2$ ). Toutefois, la morphologie des grains et l'hétérogénéité de leur taille nécessite une approche locale pour caractériser le comportement en amorçage au niveau des joints de grains.

En effet, l'étude s'intéressera plus particulièrement aux joints de grains dont les caractéristiques diffèrent entre les plans de prélèvement TL et TS en raison de la morphologie des grains. Les grains des prélèvements TS ont une morphologie fortement allongée favorisant alors dans ce plan de prélèvement une probabilité de joints de grains sensibles à la sollicitation en mode I plus élevée que le plan de prélèvement TL avec des formes de grains plutôt équiaxes.

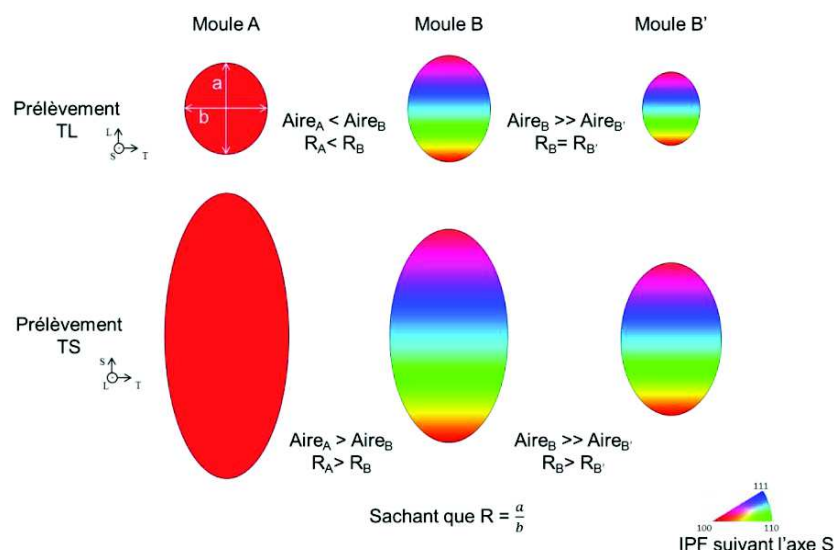


Figure II-19 : Représentation schématique des morphologies moyennes (aires et facteur de forme) et les orientations cristallographiques majoritaires observées pour chaque moule



## II.5 Etat de la précipitation

Des analyses ont été réalisées pour caractériser la précipitation intergranulaire et intragranulaire des alliages 82 de l'étude. Les résultats sont comparés à la littérature. La précipitation est aussi un des paramètres liés au matériau qui pourrait expliquer les différences de comportement vis-à-vis de l'amorçage en corrosion sous contrainte. Dans ce paragraphe, les résultats des caractérisations des moules bruts de soudage A et B sont présentés. Ceux du moule B' seront présentés dans le Chapitre III, dans lequel l'effet du traitement thermique sur la précipitation sera approfondi.

En raison de la taille des microstructures et du volume élémentaire représentatif (supérieur à 1 cm<sup>2</sup>), les lames minces sont caractérisées dans un premier temps par microscopie électronique à balayage (MEB de type Zeiss DSM982 Gemini) puis dans un second temps par microscopie électronique en transmission (MET). Les observations MET ont été réalisées en utilisant un MET de haute résolution de type FEI Tecnai F20-ST équipé d'un système d'analyse EDX et d'un détecteur HAADF (High-Angle Annular Dark Field). Ce dernier mode permet d'obtenir des images de contraste de numéro atomique (Z-contrast) avec une résolution spatiale nanométrique. En effet, les observations au MET couplées à des nano-analyses EDX (taille de sonde <2 nm) et à l'imagerie haute résolution (résolution spatiale ≈0,23 nm) permettent de caractériser de manière très locale la fine précipitation intragranulaire, et surtout intergranulaire supposée jouer un rôle important en CSC des alliages A82 [Sennour2013].

### II.5.1 Préparation des lames minces

Les lames minces ont été prélevées dans les moules A (18%Cr, FCAW) et B (19%Cr, GTAW). La préparation s'est déroulée selon les étapes suivantes :

- 1 : des cylindres d'environ 3 mm de diamètre et de 20 mm de hauteur ont été prélevés par électroérosion à fil au centre de la soudure suivant la direction de croissance des dendrites,
- 2 : ces cylindres ont ensuite été découpés en pastilles d'environ 0,5 mm d'épaisseur qui sont ensuite amincies mécaniquement à l'aide de papiers abrasifs de grade 1200 jusqu'à une épaisseur d'environ 100 µm,
- 3 : l'amincissement final a été réalisé par polissage électrolytique double-jets en utilisant une solution composée de : 45% de 2- butoxyéthanol, 45% d'acide acétique et 10% d'acide perchlorique. La température de l'électrolyte est maintenue à environ 15 °C et la tension à 40 V.

### II.5.2 Observations MEB

Les observations au MEB en mode électrons secondaires (SE) ont mis en évidence deux familles de précipités intragranulaires dans les moules A et B (Figure II-20). La première famille consiste en des précipités de formes irrégulières dont la taille est de quelques microns avec un contraste blanc brillant (Figure II-20 (b.) et (d.)). La deuxième famille est composée de précipités sphériques dont la taille varie entre 0,5 et 1 µm avec une structure de type « core-shell » (Figure II-20 (d.) zoom). Le moule B présente également quelques particules en forme d'aiguilles d'environ 10 µm de longueur (Figure II-20 (c.)).

Au niveau des joints de grains, et à part quelques gros précipités épars, les observations MEB n'ont pas mis en évidence la présence d'une précipitation intergranulaire significative qui soit visible à cette échelle.

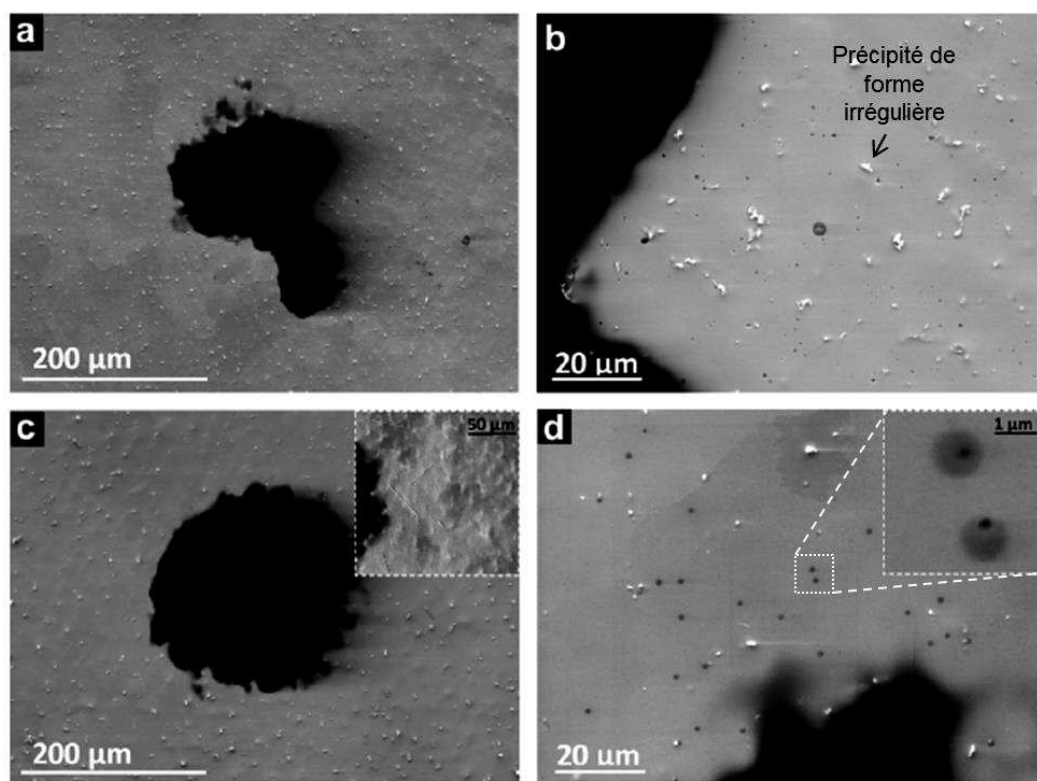


Figure II-20 : Observations MEB en mode électrons secondaires des lames minces du moule A (a.) et (b.) et du moule B (c.) et (d.)

### II.5.3 Observations MET

Une précipitation intergranulaire a été mise en évidence dans le cas des deux moules étudiés (A et B). Les analyses EDX ont révélé une précipitation de carbures de niobium (NbC) dans les deux moules, d'une taille nanométrique dans le cas du moule A (Figure II-21) et de taille nanométrique et micrométrique dans le moule B (Figure II-22 (a.) avec le pointé 2 et (e.)). Dans le cas du moule B, les analyses EDX ont mis en évidence une légère substitution du Nb par du Ti dans les carbures de niobium (Figure II-22 (c.) et (f.)). Il faut noter que la densité de précipitation intergranulaire des NbC est sensiblement plus importante dans le moule B, dont la teneur en carbone est plus élevée.

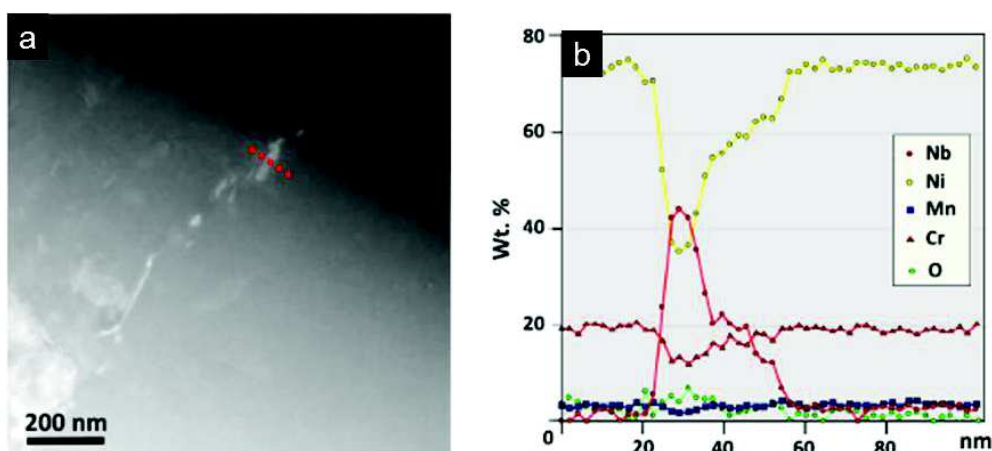


Figure II-21 : (a) Image MET en mode STEM-HAADF (Z-contraste) de la précipitation intergranulaire observée sur le moule A et (b) analyse EDX d'un profil traversant le joint de grain pour révéler la précipitation intergranulaire de carbure de niobium NbC contenant légèrement de l'oxygène

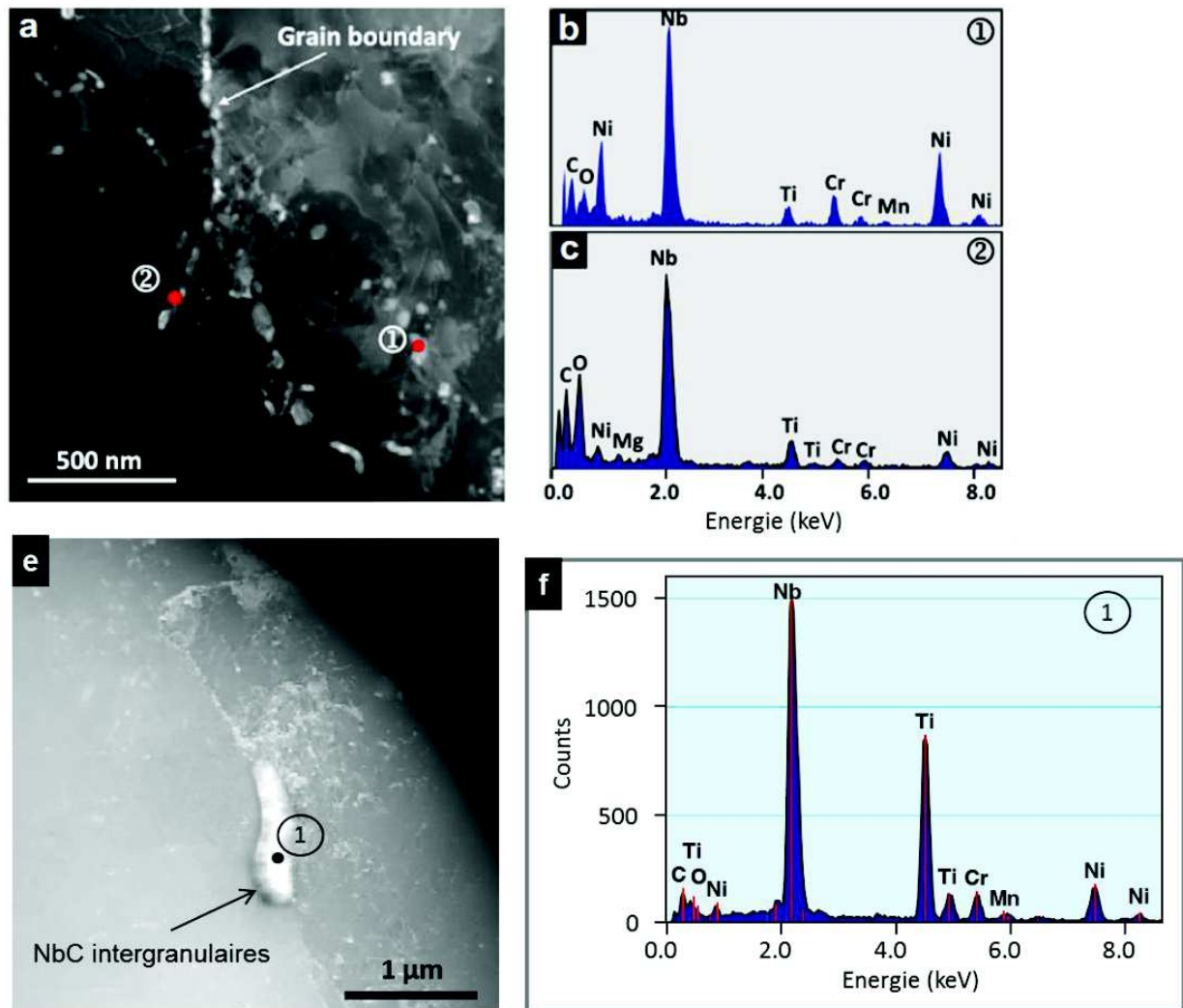


Figure II-22 : Images MET de la précipitation intragranulaire et intergranulaire du moule B en mode champ noir (Dark Field) pour (a.) et en mode STEM-HAADF (Z-contraste) pour (e.) avec respectivement les analyses EDX associées en (b.) et (c.) pour les précipités observés sur (a.), et en (f.) pour le précipité de l'image (e.)

Les observations MET de la précipitation intragranulaire ont permis de caractériser plus en détail la précipitation grossière observée au MEB avec des précipités :

- de forme irrégulière, identifiés comme des carbures de niobium présentant, occasionnellement, une présence de titane (Figure II-23 (a.) et (b.)) et
- de forme sphérique, de type « core-shell », composés de carbures de niobium présentant un cœur d'oxyde de titane  $\text{TiO}$  occasionnellement enrichi en aluminium et en manganèse (Figure II-23 (c.) et (d.)).

Une précipitation plus fine de carbures de niobium NbC nanométriques a également été mise en évidence. Ces précipités sont répartis de manière hétérogène dans la matrice du moule B (Figure II-22 (b.)).

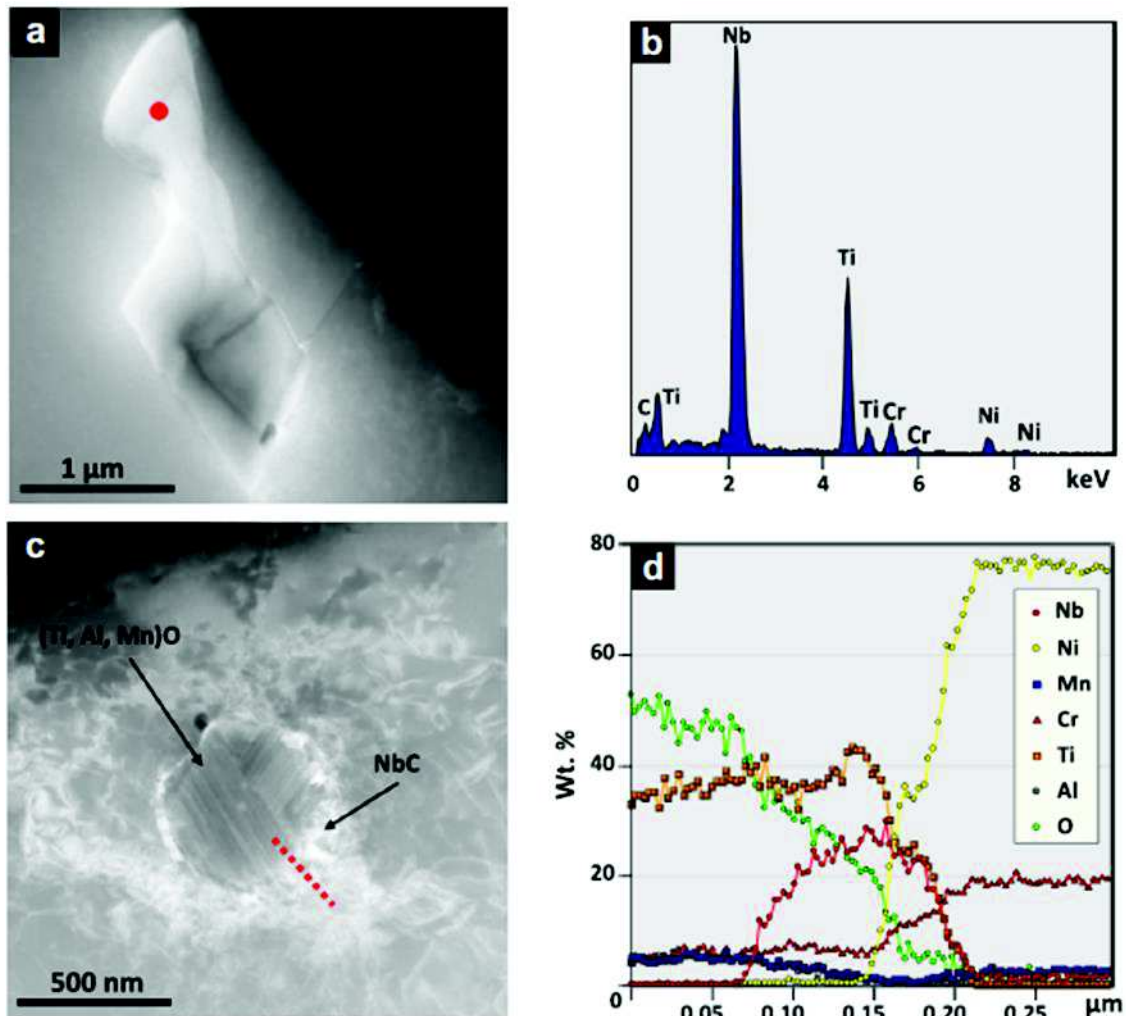


Figure II-23 : Image MET en mode STEM-HAADF (Z-contraste) de la précipitation intragranulaire de forme irrégulière en (a.) et sphérique en (c.) avec l'analyse EDX du précipité de forme irrégulière en (b.) et le profil (de haut en bas) du précipité sphérique en (d.)

## II.6 Synthèse

Deux nuances d'Alliage 82 ont été utilisées afin d'étudier leur sensibilité respective en corrosion sous contrainte en milieu vapeur d'eau hydrogénée et de comprendre quels sont les paramètres à l'origine de cette sensibilité au niveau des joints de grains. Les deux nuances d'Alliage 82 ont été soudées suivant deux procédés de soudage qui sont le procédé GTAW pour l'Alliage 82 avec une moyenne teneur en chrome et en carbone (moule B), et le procédé FCAW avec une plus faible teneur en chrome et en carbone (moule A). Pour les deux matériaux, la distribution de taille de grains est hétérogène : les grains les plus gros ont une aire comprise entre 1 à 5 mm<sup>2</sup>. Toutefois, 80 % des grains ont un diamètre équivalent inférieur à 250 μm. Les grains sont fortement allongés dans le plan TS et plus équiaxes dans le plan TL. Les joints de grains sont principalement des joints généraux (HAGB). Dans le plan de prélèvement TS, les joints de grains perpendiculaires à la direction de sollicitation sont plus longs et présentent un pourcentage plus élevé que dans le plan TL. Ceci laisse supposer que les éprouvettes prélevées dans le plan TS devraient être plus sensibles à l'amorçage de fissures de CSC et présenter des fissures plus longues que les éprouvettes prélevées dans le plan TL.

Des différences ont été observées notamment entre les moules A et B. En effet, le moule A est composé de grains en moyenne plus gros et plus allongés dans le plan TS mais plus petits

et plus équiaxes dans le plan TL que le moule B. Par ailleurs, le moule A présente également une texture cristallographique préférentielle sur l'ensemble des éprouvettes analysées avec les directions  $\langle 100 \rangle$  des grains colinéaires à l'axe de croissance des dendrites (l'axe S) avec une texture de type isotrope transverse et cubique. Le moule B, en revanche, ne présente pas de texture cristallographique à l'échelle globale. Une texture locale du même type que celle observée sur le moule A est toutefois mise en évidence.

En ce qui concerne les précipitations intergranulaire et intragranulaire, il a été observé :

- une précipitation intragranulaire de carbure de niobium de taille micrométrique et de forme irrégulière et une précipitation de carbure de niobium de type « core-shell » avec un cœur d'oxyde d'aluminium pour les moules A et B,
- une précipitation intergranulaire composée de carbures de niobium de taille nanométrique pour le moule A. Elle est de taille nanométrique et micrométrique avec une densité plus élevée pour le moule B.

La teneur en carbone semble jouer un rôle, principalement, sur la précipitation intergranulaire de carbures de niobium qui est plus élevée dans le cas du moule B et sur les carbures de niobium intragranulaires de taille nanométrique. Le procédé de soudage ne semble pas avoir d'effet sur la précipitation mais sur la morphologie et les orientations cristallographiques des grains.

Les analyses EBSD ont mis en évidence une taille moyenne des grains plus faible dans le moule B' et peu d'effet de ce traitement thermique sur les orientations cristallographiques. L'effet de ce traitement sur la précipitation sera traité dans le Chapitre III.

Ces analyses confirment les hétérogénéités de taille de grains, la longueur des plus gros étant centimétrique. C'est pourquoi, pour identifier les paramètres qui influenceraient le comportement en amorçage des fissures de CSC en milieu de vapeur d'eau hydrogénée, il est proposé de mener l'étude à l'échelle du joint de grains. Par ailleurs, les résultats des essais permettront de vérifier si les différences de microstructure observées entre les deux nuances d'Alliage 82 pourraient expliquer leurs différences de comportement en CSC.





## Chapitre III Amorçage de fissures de CSC et aspects microstructuraux

Afin d'améliorer la compréhension de l'amorçage des fissures intergranulaires de Corrosion Sous Contrainte (CSC), une étude locale à l'échelle de la microstructure, a été choisie. Celle-ci consiste à caractériser systématiquement les joints de grains ayant fissuré ainsi que les champs mécaniques (de déformation et de contraintes) autour de ces joints de grains. Les caractérisations microstructurales et mécaniques seront abordées respectivement dans les chapitres III et IV. L'objectif est ainsi de caractériser les paramètres permettant d'expliquer la sensibilité d'un joint de grains à la fissuration en CSC.

Ce Chapitre III décrit, dans un premier temps, la méthodologie utilisée pour réaliser les essais d'amorçage de fissures de CSC en milieu vapeur hydrogénée. Dans un deuxième temps, les résultats des essais, i.e. nombres d'amorces et caractérisation des joints de grains fissurés, sont présentés. Enfin, les sites d'amorçage seront corrélés à la microstructure (morphologie, orientation cristallographique et répartition des espèces chimiques dans la passe de soudage).

### III.1 Méthodologie

Les observations des faciès de rupture des éprouvettes CT de l'Alliage 82 soudé ont mis en évidence des fronts de fissuration irréguliers, faisant apparaître des îlots localisés de propagation des fissures de CSC. Ce type de front de fissuration obtenu sur des alliages à base de nickel soudés a été observé à la fois en milieu primaire à 340°C et en milieu de vapeur d'eau hydrogénée à 400°C (paragraphe I.2.2) [Vaillant2005] [Guerre2011].

Par ailleurs, nous avons vu dans le chapitre bibliographique que les paramètres influençant l'amorçage et la propagation sont :

- la microstructure avec une dépendance au plan de prélèvement des éprouvettes dans la soudure, à la composition chimique, à l'état métallurgique et à la nature des joints de grains,
- la sollicitation mécanique avec les contraintes appliquées et les contraintes résiduelles,
- le milieu au travers notamment de la température et de la pression partielle d'hydrogène.

Ces paramètres peuvent, en partie, expliquer la dispersion des résultats d'amorçage et de propagation observée dans la littérature [LeHong2001a] [EPRI2004] [EPRI2007].

C'est pourquoi, nous nous intéressons tout particulièrement dans ce manuscrit aux aspects microstructuraux et mécaniques. En effet, dans le Chapitre II, la description des deux nuances d'Alliage 82 étudiées a mis en évidence des similitudes entre les deux types de moules bruts de soudage en ce qui concerne la morphologie des grains de la microstructure vis-à-vis des axes de prélèvement et de la précipitation. Les grains présentent alors une forme plutôt équiaxe pour les éprouvettes prélevées dans le plan TL (étêtement des dendrites), une forme allongée dans le plan TS (sens de croissance des dendrites) et la nature de la précipitation (intragranulaire et intergranulaire) est similaire dans les deux nuances « bruts de soudage ». Toutefois, il existe des différences sur les tailles de grains, les orientations cristallographiques et la densité de précipités. Ces différences microstructurales peuvent laisser supposer que le comportement vis-à-vis de l'amorçage de fissures de CSC est différent. Enfin, la taille et l'hétérogénéité de la microstructure impliquent que le volume élémentaire représentatif (VER), vis-à-vis de la CSC, soit de plusieurs centimètres carrés, expliquant probablement les dispersions obtenues sur les résultats des essais de la littérature et la difficulté de l'identification de critères d'amorçage et de propagation de fissures par CSC.

Par conséquent, et pour mieux comprendre les mécanismes d'amorçage des fissures de CSC dans l'Alliage 82, il a été choisi de se focaliser sur la microstructure et sur le comportement mécanique local au niveau des joints de grains. Une étude à l'échelle des joints de grains nécessite une caractérisation expérimentale fine et approfondie de la microstructure et des champs mécaniques à cette échelle. Ces caractérisations nécessitent :

- des analyses EBSD afin de connaître la morphologie et les orientations cristallographiques des grains ainsi que la nature des joints de grains,
- des caractérisations de l'état de précipitation, en partie décrites dans le Chapitre II, mais qui seront complétées dans ce chapitre, notamment par des analyses SIMS et microsonde de Castaing afin de caractériser la répartition des éléments chimiques au sein des passes de soudage,
- des mesures de champs cinématiques obtenus à l'aide d'outils de la corrélation d'images numériques de microgrilles d'or déposées en surface des éprouvettes par lithographie électronique. Les images sont prises au microscope électronique à balayage (MEB). Cette étude sera abordée au Chapitre IV.

L'état des contraintes locales au niveau des joints de grains sera également appréhendé par une étude numérique des contraintes normales aux joints de grains à l'aide de simulations numériques par éléments finis et de la suite Z-set® [Zebulon1999].

La corrélation entre toutes ces variables d'une part et les lieux de fissuration d'autre part devrait permettre de déterminer le degré de dépendance de la fissuration aux paramètres microstructuraux et/ou aux paramètres mécaniques via leur rôle sur, d'une part, l'énergie de cohésion des joints de grains vis-à-vis de la CSC et, d'autre part, sur le critère de fissuration par CSC (Figure III-1).

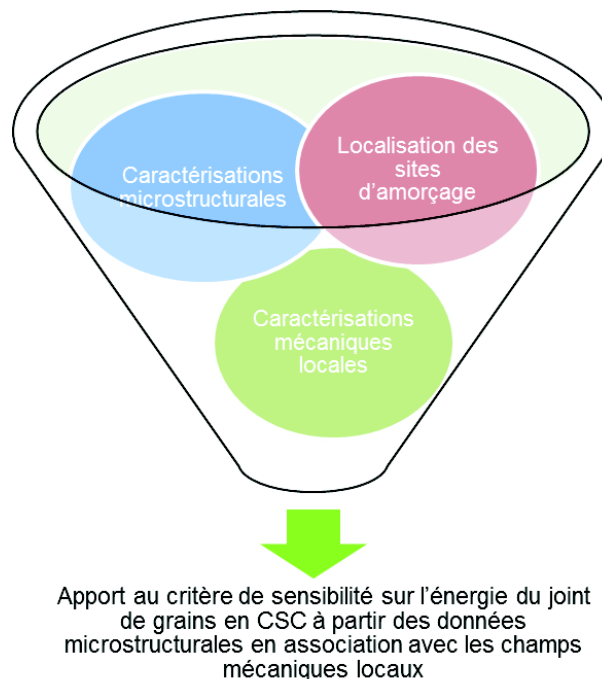


Figure III-1 : Méthodologie d'identification des paramètres caractérisant la sensibilité des joints de grains fissurés par CSC

## III.2 Essais d'amorçage

Afin d'étudier l'amorçage de fissures en CSC, il a été choisi de réaliser des essais d'amorçage statiques à l'aide d'éprouvettes U-bend dont la mise en forme et les caractéristiques ont été

explicitées dans le paragraphe II.3. Les essais d'amorçage sont réalisés dans un autoclave de 23L en acier inoxydable. La grande capacité de la cuve permet de tester simultanément et dans un même milieu un grand nombre d'éprouvettes. Au cours de ces essais, la température, la pression totale et la pression partielle d'hydrogène sont mesurées, respectivement, à l'aide de thermocouples et de manomètres. Les éprouvettes U-bend sont placées sur un porte-échantillons comme illustré sur la Figure III-2.

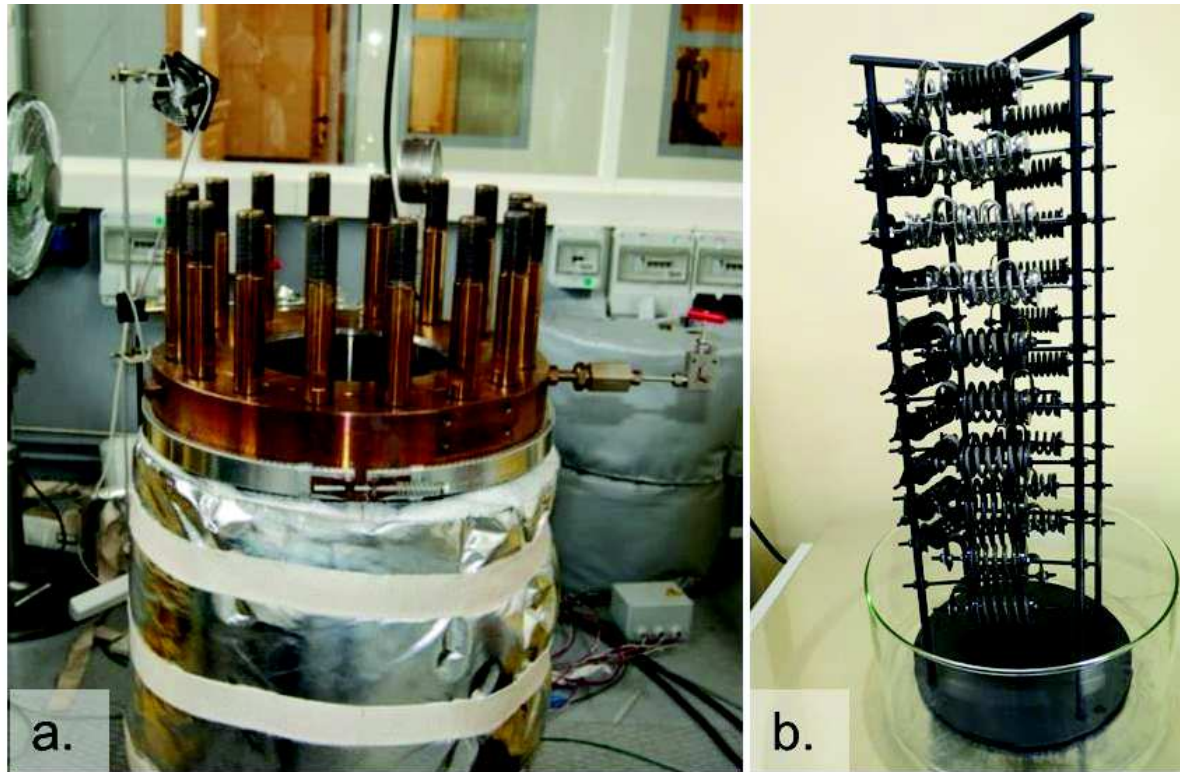


Figure III-2 : (a.) Photographie de la partie inférieure de l'autoclave et (b.) photographie des éprouvettes U-bend installées sur le porte-échantillons adapté à l'autoclave de 23L

Les essais d'amorçage sont réalisés dans un milieu de vapeur d'eau à 400°C et 188 bar avec une pression partielle d'hydrogène de 0,7 bar. La CSC des alliages à base de nickel étant thermiquement activée (paragraphe I.1.2), ce milieu d'essai permet de réduire la durée des essais tout en conservant le même mécanisme que celui en milieu primaire nominal (température comprise entre 290°C et 360°C). En effet, quelques auteurs [Economy1987] [Buisine1994] [Jacko2003] ont également réalisé des essais en milieu vapeur à 400°C sur des alliages à base de nickel (A600, A182 et A82) et ont pu constater une diminution du temps à l'amorçage tout en gardant les mêmes faciès intergranulaires de CSC.

Les essais d'amorçage ont été interrompus à 500h, 1500h, 2500h et 3500h afin d'estimer le temps à l'amorçage. Rappelons que les éprouvettes ont été prélevées dans trois moules de soudures : le moule A (18% de chrome et 0,014% de carbone, soudé par FCAW et brut de soudage), le moule B (19% de chrome et 0,025% de carbone, soudé par GTAW et brut de soudage) et le moule B' (19% de chrome et 0,025% de carbone, soudé par GTAW et traité thermiquement 7h à 600°C), chacun suivant deux plans de prélèvement : TL et TS. Le nombre d'éprouvettes fissurées pour chaque moule et pour chaque plan de prélèvement est reporté dans le Tableau III-1.

Toutes les éprouvettes U-bend ont été observées après chaque interruption par microscopie électronique à balayage (MEB FEG) à une tension d'accélération de 15 keV en mode électrons secondaires. Les surfaces observées d'environ 90mm<sup>2</sup> et localisées autour de l'apex. Dans

cette étape, les amorces de fissures de CSC sont détectées dès que leur longueur est de l'ordre d'une dizaine de micromètres.

Il apparaît que le temps à l'amorçage varie suivant les moules et les conditions de prélèvement. Tous paramètres égaux par ailleurs, les éprouvettes prélevées dans le plan TL amorcent pour des temps plus courts que celles prélevées dans le plan TS. Le temps est compris entre 500h et 1500h pour les moules A et B et entre 1500h et 2500h pour le moule B'. Cette sensibilité plus marquée pour le plan TL peut être surprenante étant donné que le pourcentage de joints de grains perpendiculaires à l'axe de sollicitation est plus élevé pour les éprouvettes prélevées dans le plan TS par rapport au plan TL (cf. Chapitre II).

Moule	Etat métallurgique	Sens de prélèvement	Résultats essais d'amorçage			
			500 h	1500 h	2500 h	3500 h
A	BS	TL	0/6	5/6	6/6	2/2
		TS	0/2	2/2	2/2	2/2
B	BS	TL	0/7	2/7	2/7	0/5
		TS	0/2	0/2	0/2	0/2
B'	TT	TL	0/7	0/7	1/7	0/5
		TS	0/2	0/2	0/2	0/2

Tableau III-1 : Synthèse des résultats des essais d'amorçage : rapport du nombre d'éprouvettes fissurées sur le nombre d'éprouvettes testées après chaque interruption, suivant le moule et le sens de prélèvement

Le Tableau III-2 recense l'ensemble des éprouvettes testées. Les éprouvettes avec un astérisque ont été instrumentées et caractérisées en surface (microstructure et champs de déformation). Huit éprouvettes U-bend n'ont pas été remises en essai lors de la dernière séquence de 1000h. Le trajet de chargement, direct ou complexe, est indiqué ainsi que l'état de surface qui est soit l'état de référence (polissage à la pâte diamantée de granulométrie 1  $\mu\text{m}$ ), soit un état après polissage à la solution OPS ou encore un état grenailé. Ces paramètres sont introduits dans le plan d'expériences afin d'observer leur éventuelle influence sur le comportement en amorçage des éprouvettes U-bend.

Au total, 143 et 169 fissures ont été observées en MEB à la surface des éprouvettes U-bend après, respectivement, 2500h et 3500h d'essai. Notons que la majorité des fissures est observée sur des éprouvettes U-bend ayant subi le protocole nécessaire pour l'observation des orientations cristallines analysées par EBSD et des champs cinématiques par la corrélation d'images numériques. L'observation de la surface des éprouvettes revêtues de microgrilles d'or met en évidence des différences entre elles et celles sans microgrilles. Ces différences sont visibles au niveau de l'oxydation externe et notamment au niveau de la répartition des cristallites. En effet, sur les éprouvettes des moules B et B' équipées de microgrilles, la majorité des joints de grains sont décorés de cristallites, qui sont peu, voire pas, observées sur les éprouvettes sans microgrilles (Figure III-3 (a.) et Figure III-3 (b.)). La présence de ces cristallites sur les joints de grains est moins systématique sur les éprouvettes du moule A recouvertes de microgrilles.



Numéro d'U-bend	Moule	Etat métallurgique	Plan de prélèvement	Trajet de chargement U-bend	Etat de surface final
EP990*	A	Brut de soudage	TL	Complexe	OPS
EP991*	A	Brut de soudage	TL	Complexe	1 $\mu$ m
EP992*	A	Brut de soudage	TL	Direct	1 $\mu$ m
EP993*	A	Brut de soudage	TL	Direct	OPS
EP1000	A	Brut de soudage	TL	Complexe	1 $\mu$ m
EP1003	A	Brut de soudage	TL	Complexe	Grénaillé
EP1291 *	A	Brut de soudage	TS	Complexe	1 $\mu$ m
EP1299	A	Brut de soudage	TS	Complexe	Grenaillé
EP916	B	Brut de soudage	TL	Complexe	1 $\mu$ m
EP917	B	Brut de soudage	TL	Complexe	Grenaillé
EP911	B'	Détensionné	TL	Complexe	1 $\mu$ m
EP915	B'	Détensionné	TL	Complexe	Grenaillé
EP921*	B	Brut de soudage	TL	Complexe	OPS
EP922*	B	Brut de soudage	TL	Complexe	1 $\mu$ m
EP899*	B'	Détensionné	TL	Complexe	OPS
EP900*	B'	Détensionné	TL	Complexe	1 $\mu$ m
EP918	B	Brut de soudage	TL	Complexe	1 $\mu$ m
EP906	B'	Détensionné	TL	Complexe	1 $\mu$ m
EP919	B	Brut de soudage	TL	Direct	OPS
EP925	B	Brut de soudage	TL	Direct	1 $\mu$ m
EP908	B'	Détensionné	TL	Direct	1 $\mu$ m
EP913	B'	Détensionné	TL	Direct	OPS
EP1311 *	B	Brut de soudage	TS	Complexe	1 $\mu$ m
EP1305	B	Brut de soudage	TS	Complexe	Grenaillé
EP1313 *	B'	Détensionné	TS	Complexe	1 $\mu$ m
EP1314	B'	Détensionné	TS	Complexe	Grenaillé

Tableau III-2 : Synthèse des conditions d'essais et du nombre total de fissures localisées sur chaque éprouvette U-bend pour l'essai en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C, 188 bar et 0,7 bar de pression partielle d'hydrogène ( \* : éprouvettes avec microstructure et champs cinématiques caractérisés)

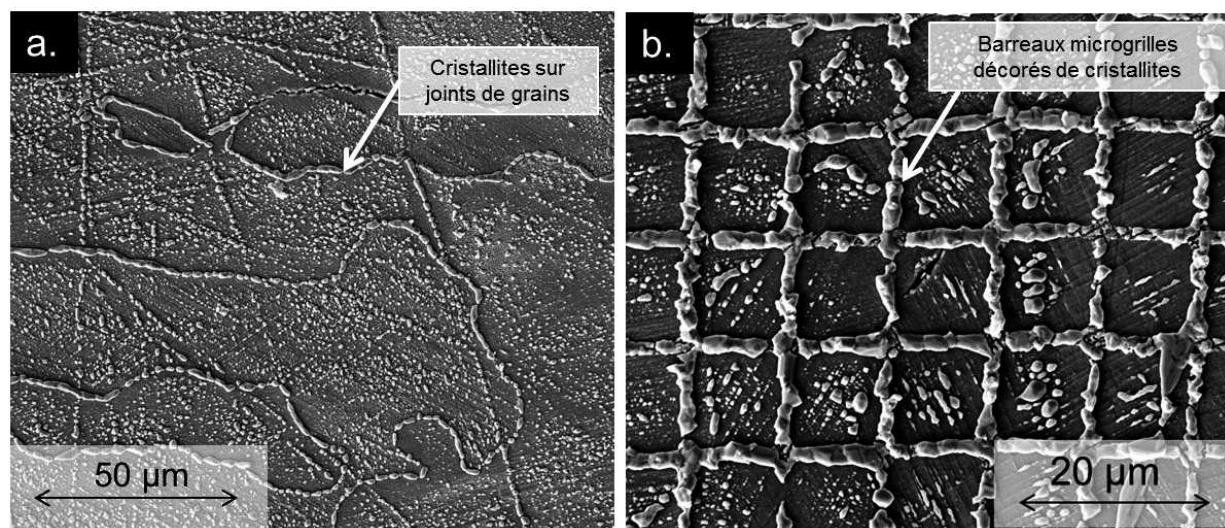


Figure III-3 : Observations de deux éprouvettes du moule B après 2500h d'essai en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C par microscopie électronique à balayage (MEB), en mode électrons secondaires à une tension d'accélération de 15 keV : cristallites localisées sur les joints de grains (EP921) (a.) et cristallites localisées sur les barreaux et entre les barreaux des grilles (EP922) en (b.)

Il semble donc que les éprouvettes avec et sans microgrilles ne peuvent être considérées comme strictement équivalentes vis-à-vis du phénomène observé, ce qui conduit à formuler deux hypothèses :

- la présence des microgrilles modifie les mécanismes de formation de la couche d'oxyde et, par conséquent, le mécanisme de CSC,
- ou bien la présence des microgrilles accélère la cinétique de CSC sans pour autant changer les mécanismes conduisant à cette fissuration.

Des investigations complémentaires ont donc été entreprises. Il s'agit, d'une part, de coupes afin de caractériser les pénétrations d'oxyde et, d'autre part, des analyses de surface afin d'établir la composition chimique des cristallites en surface.

### III.2.1 Etude de l'effet de la présence des microgrilles d'or sur le mécanisme de CSC

Afin de déterminer l'effet des microgrilles d'or sur le comportement en CSC des éprouvettes testées, des coupes longitudinales de certains échantillons ont été réalisées (Figure III-4). Trois éprouvettes U-bend ont été sélectionnées : une première issue du moule B équipée de microgrilles (EP921 testée jusqu'à 2500h), une deuxième provenant du même moule B sans microgrilles (EP919 testée jusqu'à 3500h) et une dernière éprouvette provenant du moule B' revêtue de microgrilles (EP900 testée jusqu'à 2500h).

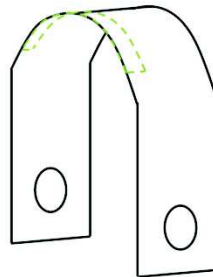


Figure III-4 : Schéma de prélèvement d'un échantillon (pointillés vert) pour les observations en coupe des éprouvettes U-bend

Après immersion des échantillons dans une résine polymère transparente, ces derniers sont installés dans une chambre équipée d'une pompe à vide pour éliminer l'air présent dans les aspérités et dans les fissures afin de favoriser la pénétration de la résine visqueuse. Puis, les échantillons subissent une opération de séchage à la température ambiante pendant 12 heures. Après polissage mécanique aux papiers SiC du grade 400 au grade 1200, les échantillons sont polis successivement à la pâte diamantée de granulométrie 7  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  et 1  $\mu\text{m}$ . Les observations des coupes métallographiques ont été réalisées à l'aide d'un MEB FEG (Field Electron Gun) de type Nova NanoSEM 450 de la marque FEI.

Les observations ont été réalisées en mode électrons rétrodiffusés afin d'optimiser le contraste chimique entre l'alliage à base de nickel et les oxydes. La longueur d'interface observée est d'environ 5,5 mm pour tous les échantillons. Les résultats montrent la présence de pénétrations d'oxyde dans tous les échantillons :

- l'éprouvette EP921, moule B, équipée de microgrilles, testée en milieu pendant 2500h a présenté 44 pénétrations avec une profondeur moyenne de 3,97  $\mu\text{m}$  et 3 fissures d'une profondeur de 36  $\mu\text{m}$ , de 56  $\mu\text{m}$  et de 491  $\mu\text{m}$ , respectivement,
- l'éprouvette EP900, moule B' équipée de microgrilles, testée en milieu pendant 2500h a présenté 28 pénétrations avec une profondeur moyenne de 4,98  $\mu\text{m}$  et aucune pénétration ouverte,
- l'éprouvette EP919, moule B sans microgrilles, testée en milieu pendant 3500h a présenté 46 pénétrations avec une profondeur moyenne de 0,79  $\mu\text{m}$  et aucune pénétration ouverte.

Des exemples de pénétrations observées sur les éprouvettes EP921 et EP900 (équipées de microgrilles) sont présentés sur la Figure III-5 ((a.), (b.) et (d.)). On y distingue des zones de contraste clair au centre de la pénétration et des zones plus sombres de chaque côté de celle-ci. Les analyses EDX (Energy Dispersive X-ray spectrometry) au MET montrent qu'il s'agit de nickel pur au centre et d'un oxyde riche en chrome sur les côtés. Les pointés 7 et 6 de la Figure III-6 mettent en évidence le nickel pur et les pointés 3, 4 et 5 montrent l'oxyde de chrome. Les analyses des pointés 1 et 2 semblent correspondre à des zones légèrement déchromées.

Les pénétrations au niveau des joints de grains qui sont constituées d'une couche continue de nickel et peuvent être qualifiées d'amorces, voire de fissures. La présence de nickel pur et de l'oxyde riche en chrome n'est pas systématique dans toutes les pénétrations comme le montre la Figure III-5 (b.).

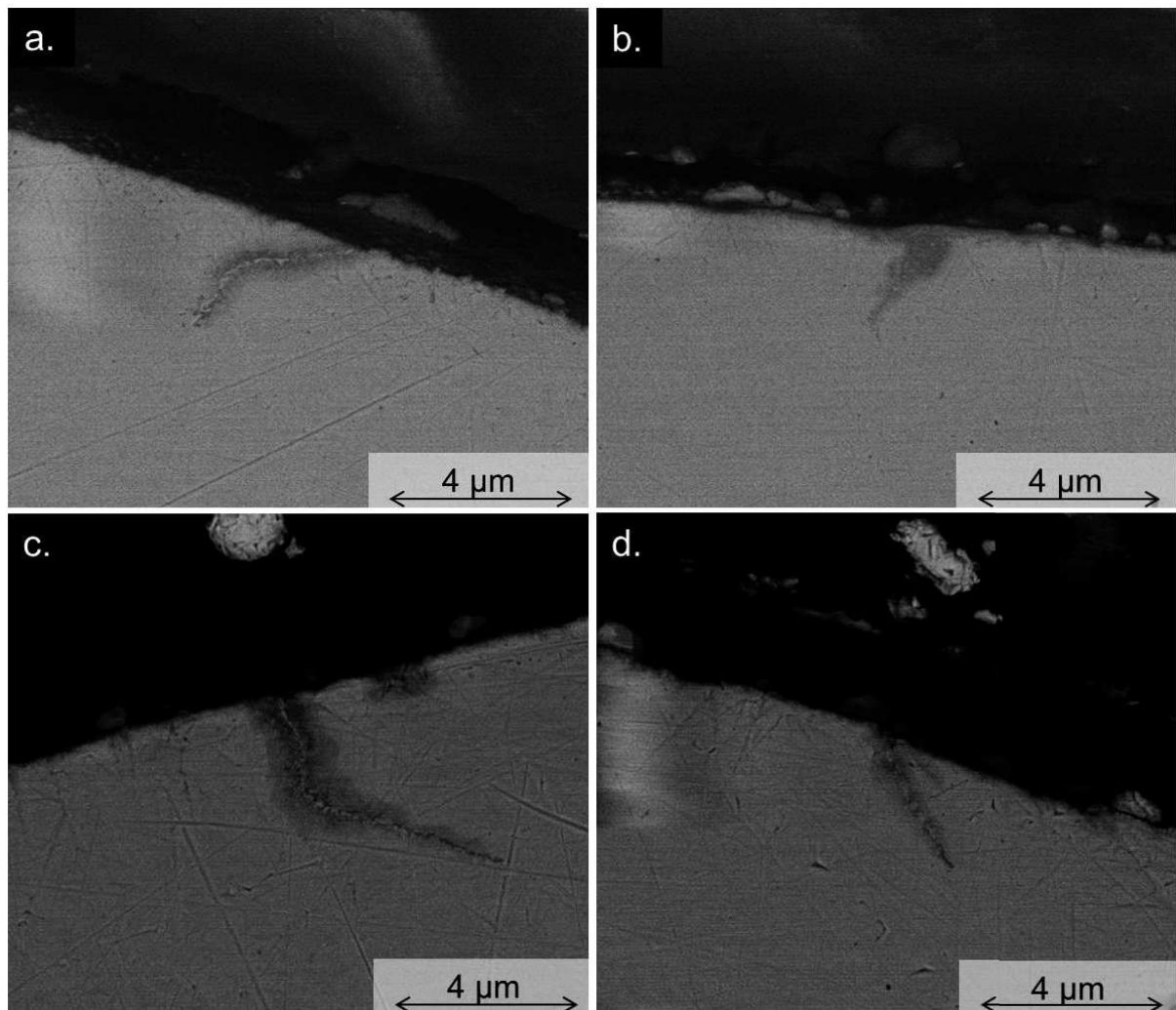
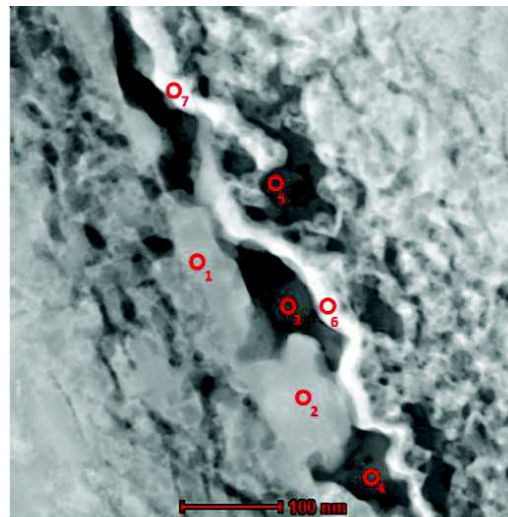


Figure III-5 : Observations par MEB en mode électrons rétrodiffusés à 7 keV et à une distance de travail d'environ 5 mm des coupes longitudinales sur l'éprouvette EP921 du moule B équipée de microgrilles en (a.) et (b.) et sur l'éprouvette EP900 du moule B' équipée de microgrilles en (c.) et (d.)

Même si des pénétrations d'oxydes sont observées sur les éprouvettes provenant des moules B et B' équipées de microgrilles, leur quantité et leur profondeur sont toutefois significativement plus faibles pour l'éprouvette traitée thermiquement (B'). Ceci confirme l'effet bénéfique du traitement thermique qui limite l'oxydation des joints de grains et retarde le temps à l'amorçage.





% massique	O	Ti	Cr	Mn	Fe	Ni	Nb
#1	0	0,36	8,87	0,77	1,08	88,56	0,33
#2	0	0,19	11,85	1,93	1,76	84,24	0
#3	60,19	1,28	28,30	3,22	1,38	3,52	2,08
#4	62,32	0,52	31,16	0,56	1,02	2,99	1,39
#5	62,49	0,35	22,34	3,38	4,25	5,74	1,41
#6	0	0	0,5	0	0,5	98,5	0
#7	0	0	0,5	0	0,5	99,0	0

Figure III-6 : Analyses chimiques par EDX sous MET de 7 pointés réalisés sur une amorces de fissure par CSC non ouverte avec la localisation des pointés sur une image de la zone analysée en mode HAADF STEM et la composition chimique en pourcentage massique associée

Les Figure III-5 ((a.) et (b.)) et Figure III-7 correspondent respectivement aux éprouvettes issues du moule B avec et sans microgrilles. Dans les deux cas, il y a des pénétrations d'oxyde. Elles sont significativement plus profondes dans le cas des éprouvettes équipées de microgrilles (environ 4  $\mu\text{m}$  au lieu de 0,8  $\mu\text{m}$ ) malgré le fait que le temps d'essai de l'éprouvette recouverte de microgrilles soit de 2500 h au lieu de 3500 h pour celle sans microgrilles. En conclusion, il semblerait que le protocole de préparation des surfaces, utilisé pour le dépôt des microgrilles et pour les observations EBSD, ne modifie pas les mécanismes de CSC mais en affecte la cinétique.

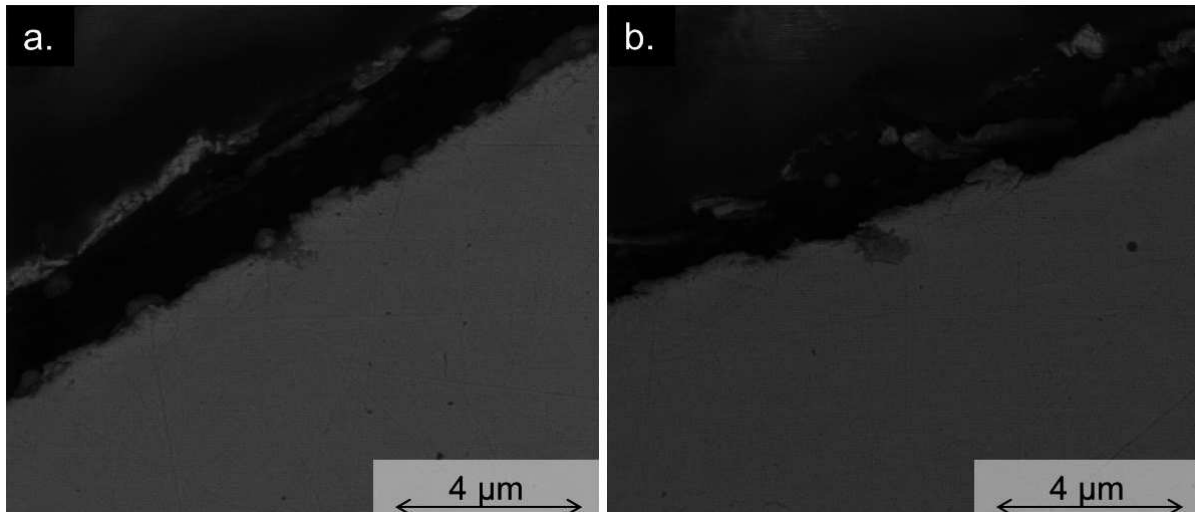


Figure III-7 : Observations des coupes par MEB en mode électrons rétrodiffusés à 7 keV et à une distance de travail d'environ 5 mm sur l'éprouvette EP919 sans microgrilles du moule B en (a.) et (b.)

Toutefois, il nous reste à vérifier que ce protocole ne modifie pas la nature de la couche d'oxyde. Pour cela des analyses chimiques par EDX des cristallites de la couche externe ont été effectuées au MEB et au MET. Il apparaît que ces cristallites sont composées de nickel pur sur les deux types d'éprouvettes : avec et sans microgrilles. La Figure III-8 présente l'analyse EDX, au MEB, d'une cristallite en surface de l'éprouvette EP919 du moule B (sans microgrilles). Cette cristallite est constituée de nickel pur. La Figure III-9 montre un profil de composition chimique réalisé par analyse EDX au MET (sonde  $\approx 2$  nm) à travers une cristallite, formée sur un barreau de la microgrille d'or, et la matrice de l'Alliage 82. Cette analyse confirme que les cristallites formées sur les microgrilles d'or sont également composées de nickel pur.

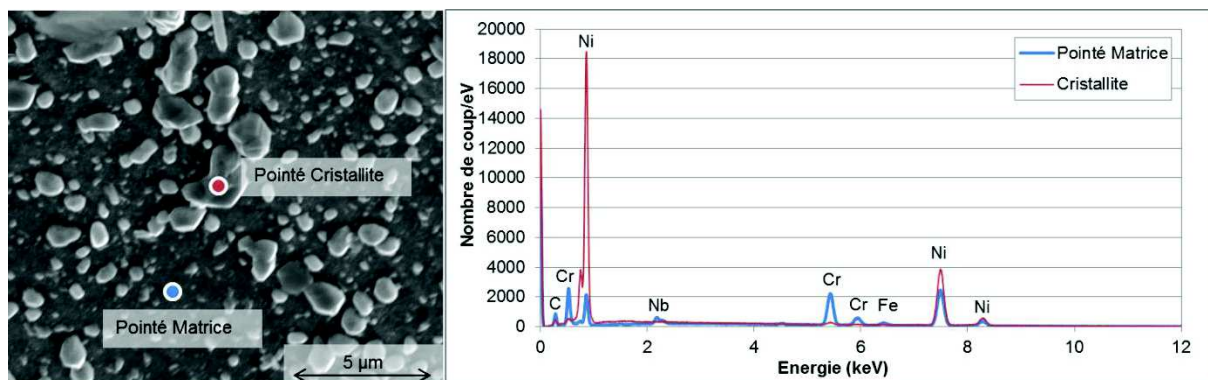


Figure III-8 : Observation au MEB de la surface de l'éprouvette U-bend prélevée dans le moule B sans microgrilles (EP919) après 3500h d'essai en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C à gauche et analyses chimiques EDX d'une cristallite et de la matrice



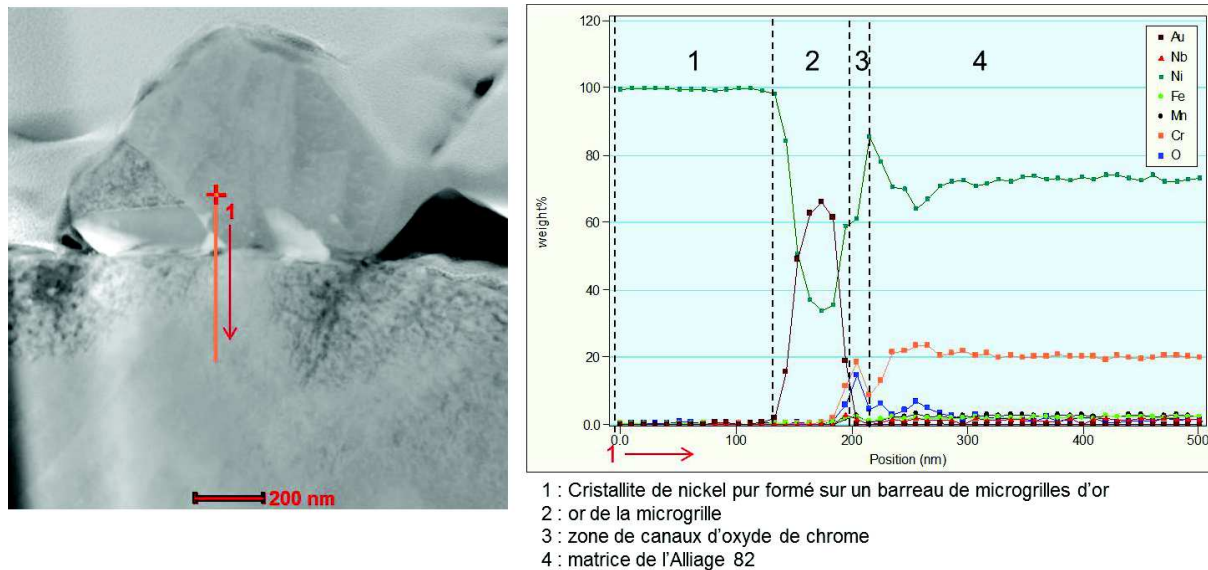


Figure III-9 : Observation au MET en mode HAADF (contraste chimique) d'une cristallite à l'aplomb d'un barreau de microgrille d'or de l'éprouvette U-bend prélevée dans le moule B équipée de microgrilles (EP921) après 2500h d'essai en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C en (a.) et profil de composition chimique obtenu par l'analyse EDX à travers la cristallite et la matrice sous-jacente (b.) (Pourcentage massique)

La couche d'oxyde présente donc dans sa couche externe des cristallites de nickel pur à la fois sur les éprouvettes U-bend équipées de microgrilles et sur les éprouvettes U-bend sans microgrilles. La présence de microgrilles d'or ne semble donc pas modifier la nature de la couche d'oxyde. Toutefois, pour confirmer la présence de cristallites de nickel pur en surface dans la couche externe, une caractérisation complète de la couche d'oxyde (interne et externe) est nécessaire.

### III.2.2 Etude de la cinétique d'apparition de fissures de CSC

Une corrélation entre le nombre de fissures, la profondeur des pénétrations aux joints de grains, et la présence de microgrilles d'or sur la surface des éprouvettes a été mise en évidence. Cette corrélation peut être observée sur les Figure III-10 et Figure III-11 où sont représentées les évolutions respectives du nombre de fissures d'une part et la fraction des joints de grains fissurés d'autre part en fonction du type de moule et de l'état de surface (avec ou sans microgrilles) des éprouvettes.

Si nous constatons bien l'effet accélérateur de la présence des microgrilles sur la cinétique de fissuration, cet effet ne semble pas remettre en cause la hiérarchie observée vis-à-vis de la sensibilité à la fissuration qui est fonction du plan de prélèvement (TL ou TS), du type de moule ou associée au traitement thermique du moule.

Le moule A présente, en effet, plus d'amorçages de fissures (106 fissures au total à 2500h d'essai) que le moule B (36 fissures au total à 2500 h d'essai). L'effet du traitement thermique est observé puisque le temps à l'amorçage du moule B' est plus élevé que celui du moule B. Cette résistance à la CSC a pu être attribuée à la précipitation de carbures de chrome intergranulaires après le traitement thermique ([Sennour2013], paragraphe II.5).

Lorsque l'on compare le temps à l'amorçage des éprouvettes U-bend qui ne sont pas équipées de microgrilles, seul l'effet du moule peut être observé (Figure III-10 (b.)). En effet, seul le moule A présente des fissures de CSC et le temps d'essai n'est pas suffisant pour observer des fissures sur les moules B et B'.

Nous constatons donc une différence de sensibilité à l'amorçage entre les moules A et B, différence qui peut être attribuée soit à un effet de la composition chimique, soit à un effet du

procédé de soudage, soit à un effet couplé de la composition chimique et du procédé de soudage (18% versus 19% de chrome et 0,014% versus 0,025% de carbone).

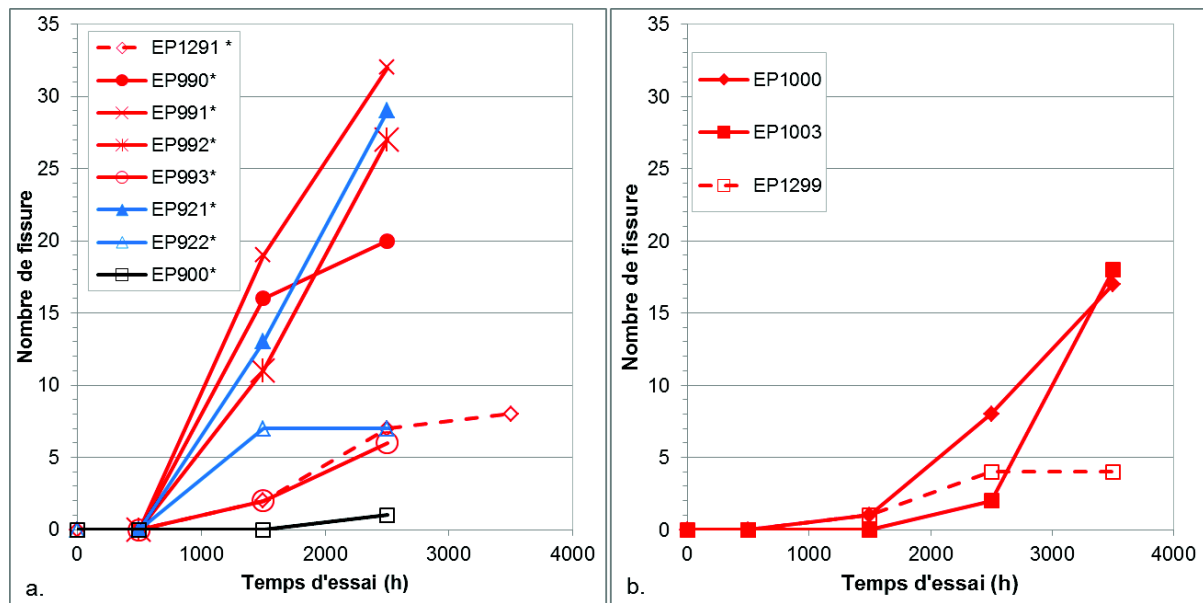


Figure III-10 : Nombre de fissures recensées en fonction du temps d'essai des éprouvettes U-bend. Comparaison entre éprouvettes U-bend équipées de microgrilles en (a.) et sans microgrilles en (b.) (Les éprouvettes issues du moule A sont en rouge, celles du moule B en bleu et celles du moule B' en noir ; les courbes en pointillés sont les éprouvettes U-bend prélevées dans le sens TS)

De plus, ces campagnes d'essais ont permis de mettre en évidence toutes choses égales par ailleurs, un effet du trajet de chargement, puisque la comparaison des éprouvettes EP993 et EP992 du moule A ayant subi un trajet de chargement direct avec les éprouvettes EP990 et EP991 issues du même moule avec un trajet de chargement complexe montre que le trajet de chargement direct conduit à une sensibilité plus faible à l'amorçage de fissures par CSC.

Par ailleurs, l'effet des états de surface (poli, grenailé, 1  $\mu\text{m}$ ) sur la sensibilité à la CSC n'a pas pu être clairement mis en évidence en comparant l'éprouvette EP1000 polie à 1  $\mu\text{m}$  et l'éprouvette EP1003 grenailée, ou en comparant les éprouvettes EP991 et EP992 polies 1  $\mu\text{m}$  et des éprouvettes EP990 et EP993 polies à l'OPS, même si pour ce dernier cas une légère augmentation du nombre de fissures a été constaté.

Les graphiques de la Figure III-11 présentent la longueur totale des fissures par rapport à la longueur totale des joints de grains perpendiculaires à la sollicitation normalisée par la taille de la surface analysée afin de pouvoir comparer les différentes éprouvettes entre elles. Si la majorité des cas étudiés présente une augmentation de la longueur totale de fissures avec le temps, comme cela est attendu, deux éprouvettes présentent tout de même une stabilité : entre 1500h et 2500h pour l'éprouvette EP922 (moule B) et entre 2500h et 3500h d'essai pour l'éprouvette EP1299 (moule A). L'augmentation de la longueur totale des fissures avec le temps peut être due à une augmentation du nombre de fissures et/ou à une augmentation de la longueur des fissures précédemment apparues. Les graphiques de la Figure III-12 représentent l'évolution, en fonction du temps, de la longueur moyenne des fissures normalisée par la longueur moyenne des joints de grains perpendiculaires à l'axe de sollicitation. Nous observons que la cinétique d'apparition de nouvelles fissures peut être variable avec une diminution, une augmentation, ou encore une stabilité de la longueur moyenne des fissures :

- lorsque la longueur moyenne augmente, la propagation des fissures existantes est plus importante que l'amorçage de nouvelles fissures (exemple avec l'EP990 et l'EP991),

- lorsque la longueur moyenne diminue, le nombre d'amorçages de fissures est plus important que la propagation des fissures existantes (exemple avec l'EP1291 et l'EP993),
- lorsque la longueur moyenne reste invariante, la longueur des fissures prolongées et l'amorçage de nouvelles fissures se contrebalancent.

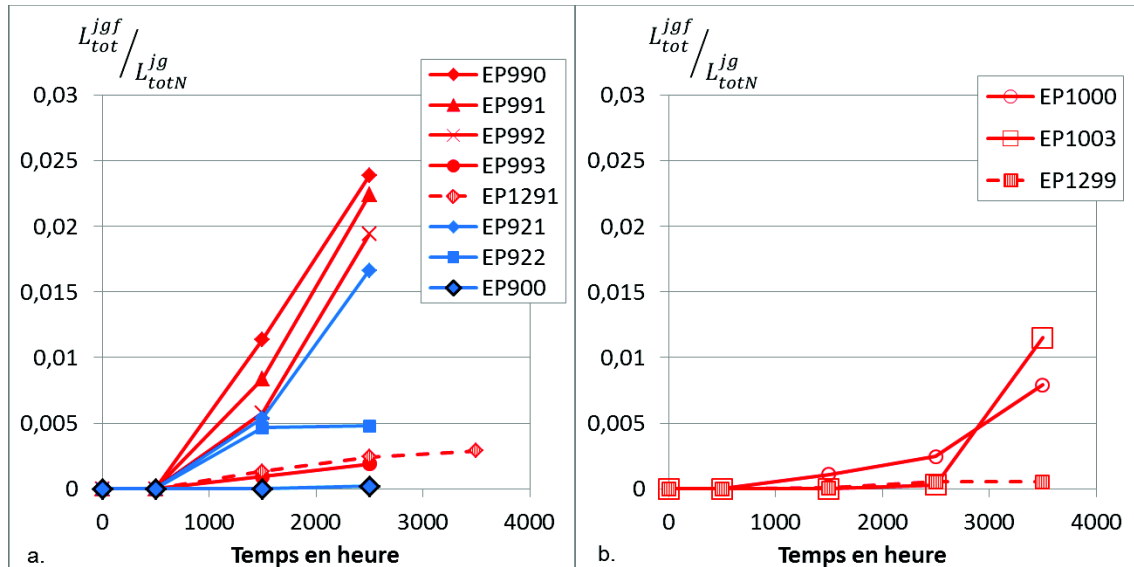


Figure III-11 : Evolution du rapport de la longueur totale de joints de grains fissurés ( $L_{tot}^{jgf}$ ) sur la longueur totale de joints de grains dans la zone analysée normalisée par la taille de la surface observée ( $L_{totN}^{jg}$ ). Comparaison entre éprouvettes U-bend équipée de microgrilles (a.) et sans microgrilles (b.) (les éprouvettes U-bend issues du moule A sont en rouge, celles du moule B en bleu et celles du moule B' en noir, les courbes en pointillés correspondent aux éprouvettes prélevées dans le sens TS)

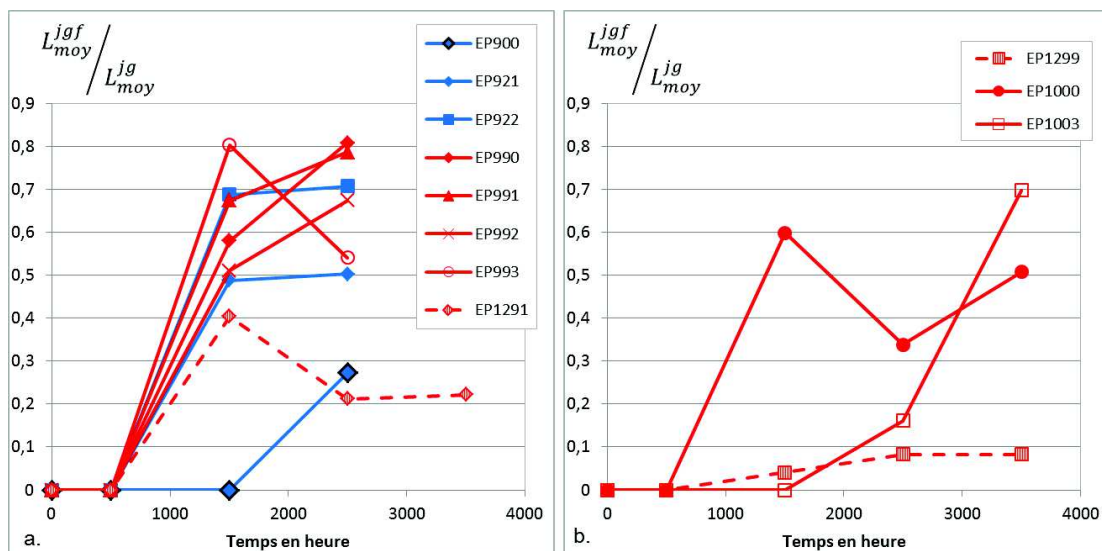


Figure III-12 : Evolution du rapport de la longueur moyenne des joints de grains fissurés ( $L_{moy}^{jgf}$ ) sur la longueur moyenne des joints de grains ( $L_{moy}^{jg}$ ). Comparaison entre éprouvettes U-bend équipées de microgrilles (a.) et sans microgrilles (b.) (les éprouvettes U-bend issues du moule A sont en rouge, celles du moule B en bleu et celles du moule B' en noir ; les courbes en pointillés correspondent aux éprouvettes prélevées dans le sens TS)

Lorsque l'on compare les résultats des figures précédentes, on peut constater que le moule A présente, pour les éprouvettes prélevées dans le plan TL, plus d'amorçages de nouvelles fissures que dans le plan TS qui est, quant à lui, plus propice au développement des fissures déjà existantes. De plus, sur les éprouvettes prélevées dans le plan TL du moule A, la longueur

moyenne des fissures observées présente des valeurs s'approchant de la longueur moyenne des joints de grains perpendiculaires à la sollicitation. Ceci signifie donc que les fissures intergranulaires peuvent recouvrir l'ensemble de la longueur des joints de grains. Ce qui n'est pas le cas des fissures présentes dans les éprouvettes prélevées dans le plan TS, car la longueur moyenne des joints de grains perpendiculaires à la sollicitation est, dans ce cas-là, beaucoup plus élevée (paragraphe II.4.2.1).

L'ensemble de ces résultats a donc permis de confirmer, toutes choses égales par ailleurs, la sensibilité à la CSC en milieu vapeur d'eau hydrogénée de l'Alliage 82. La sensibilité à la CSC a pu être corrélée au sens de prélèvement, à la nature du moule, au procédé de soudage utilisé, au traitement thermique (brut de soudage versus traité thermiquement) ainsi qu'au trajet de chargement direct ou complexe. Un effet accélérateur de la présence de microgrilles (ou de la méthode de préparation de surface pour les analyses de champs) a toutefois pu être mis en évidence sans pour autant remettre en cause les mécanismes associés à la CSC des alliages à base de nickel.

Pour la suite de l'étude, la localisation de ces fissures sera corrélée dans un premier temps à la microstructure, puis au comportement mécanique (champs de déformation et de contrainte) dans le chapitre suivant.

### **III.3 Corrélation entre microstructure et amorces de fissures de CSC**

#### **III.3.1 Morphologie et orientations cristallographiques des grains adjacents aux fissures**

Les observations au MEB des éprouvettes U-bend effectuées après chaque interruption d'essai ont permis de localiser les fissures. La corrélation entre la localisation de ces dernières et la microstructure peut être menée au travers de la superposition des images MEB aux cartographies EBSD réalisées sur ces mêmes zones. Ces analyses de corrélation concernent les éprouvettes :

- EP990, EP991, EP992 et EP993 du moule A/TL (Figure III-13),
- EP1291 du moule A/TS (Figure III-14)
- EP921 et EP922 du moule B/TL (Figure III-15).

Dans le cas de l'éprouvette EP900, prélevée dans le plan TL du moule B', la Figure III-16 présente la superposition de l'unique fissure observée sur la microstructure. Toutefois, ce résultat n'a pas été pris en compte dans l'analyse globale en raison de sa faible représentativité statistique puisqu'une seule fissure courte a été observée et ne concerne qu'un joint de grains.

Les autres éprouvettes U-bend caractérisées par EBSD n'ont pas présenté de fissures et par conséquent, aucune corrélation ne peut être menée. Notons, qu'il a été observé dans certains cas, plusieurs amorces de fissures localisées sur un même joint de grains, ces fissures courtes n'étant pas jointives. Toutefois, dans un souci de simplicité, ces fissures sont représentées par un seul trait sur les figures ci-dessous et c'est pour cette raison que le nombre de fissures répertorié dans le

Tableau III-2 et le nombre de fissures que l'on peut compter sur les figures ci-dessous n'est pas toujours identique.



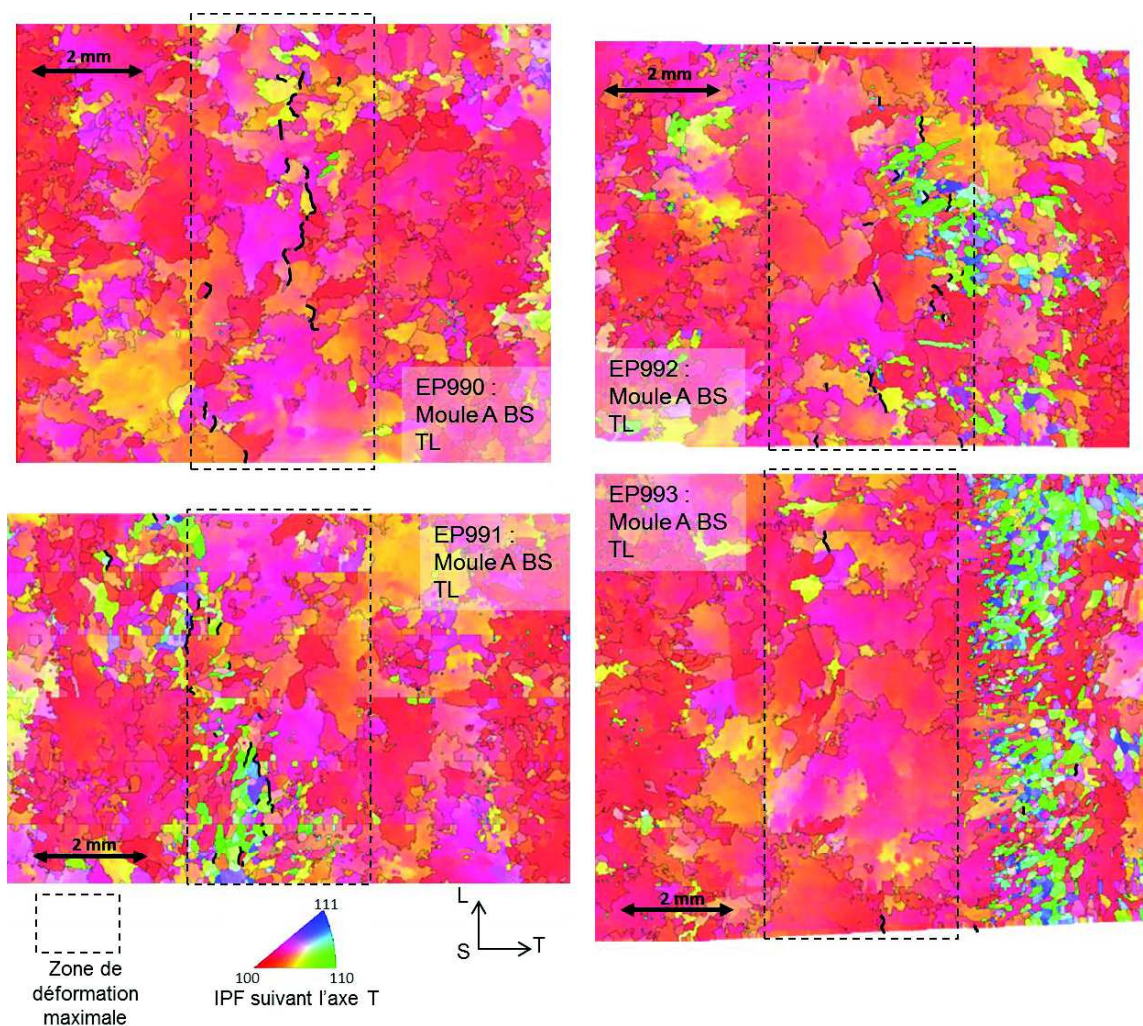


Figure III-13 : Tracé des fissures (en trait noir) sur la microstructure, obtenue par une analyse EBSD des éprouvettes du moule A prélevées dans le plan TL et sollicitées suivant la direction T (EP990, EP991, EP992 et EP993). Essai de CSC réalisé en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C pendant 2500h

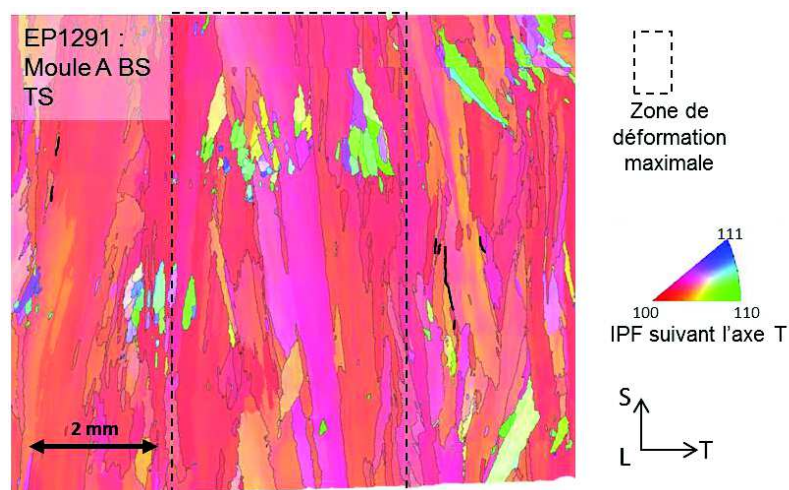


Figure III-14 : Tracé des fissures (en trait noir) sur la microstructure obtenue par une analyse EBSD de l'éprouvette U-bend EP1291 du moule A prélevée dans le sens TS et sollicitée suivant la direction T. Essai de CSC réalisé en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C pendant 3500h



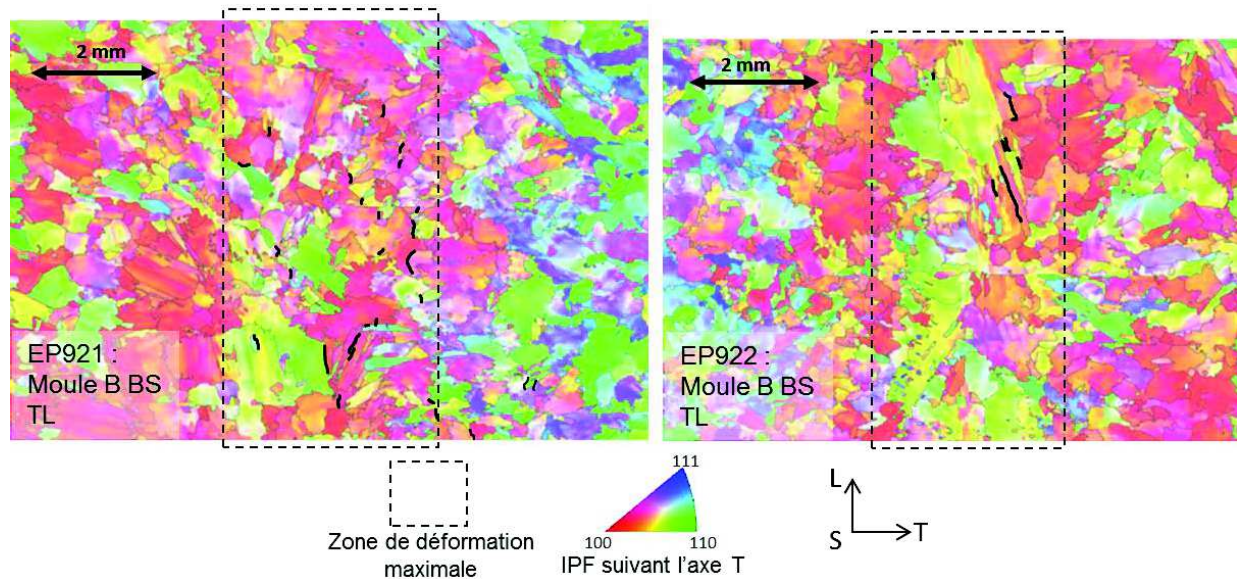


Figure III-15 : Tracé des fissures (en trait noir) sur la microstructure obtenue par une analyse EBSD des éprouvettes du moule B prélevées dans le plan TL et sollicitées suivant la direction T (EP921, EP922). Essai de CSC réalisé en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C pendant 2500h.

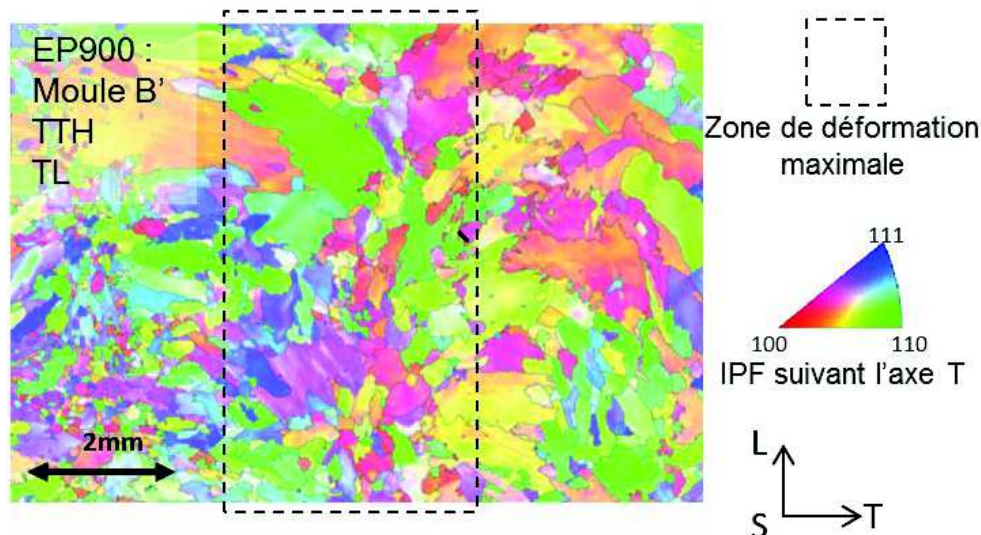


Figure III-16 : Tracé des fissures (en trait noir) sur la microstructure obtenue par une analyse EBSD de l'éprouvette EP900 du moule B' prélevée dans le plan TL et sollicitée suivant la direction T. Essai de CSC réalisé en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400 °C pendant 2500h.

La superposition des cartographies EBSD et des fissures permet de relier ces dernières à la nature des joints de grains, à l'orientation cristallographique et à la taille des grains autour des joints de grains fissurés. Sur les 169 amorces de fissures observées sur les éprouvettes U-bend après essai, 104 ont pu être caractérisées.

Les premiers résultats qui peuvent être déduits de ces superpositions sont :

- les amorces de fissures par CSC sont intergranulaires,
- la majorité des amorces de fissures est perpendiculaire à la direction de sollicitation (qui est toujours représentée horizontalement sur les figures). 5 fissures sont parallèles au sens de la sollicitation ce qui représente 5% des fissures,
- la majorité des joints de grains fissurés (95,5%) correspondent à des joints de grains généraux fortement désorientés (désorientation entre les grains supérieure à 15°), 4,5% sont des joints de grains spéciaux (CSL).

Le nombre de grains présents autour des joints fissurés peut varier entre 2 et 11, et le nombre de couples de grains autour des joints de grains fissurés est de 177.

Le moule A présente pour les  $\frac{3}{4}$  des éprouvettes U-bend prélevées dans le plan TL, des fissures localisées dans les zones de clusters, zones où la taille des grains est inférieure à  $50\,000\ \mu\text{m}^2$  (soit  $250\ \mu\text{m}$  de diamètre équivalent) et qui présente des orientations cristallographiques différentes de la texture cristallographique globale du moule. Les orientations cristallographiques de ces zones présentent des directions  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  parallèles à l'axe S (Figure III-13). Cependant, la quatrième éprouvette prélevée dans le plan TL (EP990), qui ne présente pas de zones de clusters, présente autant de fissures.

De même, l'éprouvette U-bend prélevée dans le plan TS du même moule présente des zones de clusters où il n'y a pas de fissures. Dans ce plan, les fissures sont localisées dans des zones composées de grains fortement allongés et dont les orientations cristallographiques sont semblables à celles de la texture globale. (Figure III-14).

En ce qui concerne le moule B (Figure III-15), l'éprouvette EP921 présente une majorité d'amorces de fissures entre des grains d'orientations cristallographiques proches et nous ne notons pas d'effet de taille de grains. L'EP922 présente cependant des amorces de fissures entre des grains fortement allongés et également entre des grains d'orientations cristallographiques proches de la texture locale qui correspond à la direction  $\langle 100 \rangle$  parallèle à l'axe S. La Figure III-16 montre que la fissure de l'éprouvette U-bend prélevée dans le moule B' est localisée entre deux petits grains d'orientations cristallographiques différentes.

Les informations supplémentaires concernant les grains adjacents aux joints fissurés, obtenues à l'aide du module de post-traitement des cartographies EBSD (Flamenco) du software Channel5® de HKL, sont :

- les orientations cristallographiques des grains définies par les trois angles d'Euler :  $\phi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\phi_2$ ,
- la morphologie des grains : l'aire et le facteur de forme
- les facteurs de Schmid, associés au système de glissement le plus favorablement orienté vis à vis de la sollicitation macroscopique définie.

Les caractéristiques des joints fissurés ont donc été confrontées aux caractéristiques de tous les joints de la zone observée au MEB.

Les orientations cristallographiques des grains adjacents aux joints de grains fissurés (Figure III-17) ne présentent pas de textures cristallographiques différentes de celles de la population moyenne pour les éprouvettes du moule A et de la population locale pour les éprouvettes du moule B (en faisant une sous-sélection comme dans l'annexe 5). Les orientations cristallographiques des grains adjacents aux fissures présentent majoritairement une direction  $\langle 100 \rangle$  parallèle à l'axe S comme le montre la Figure III-17. Toutefois, cette texture est isotrope transverse car les autres directions tournent autour de cet axe.



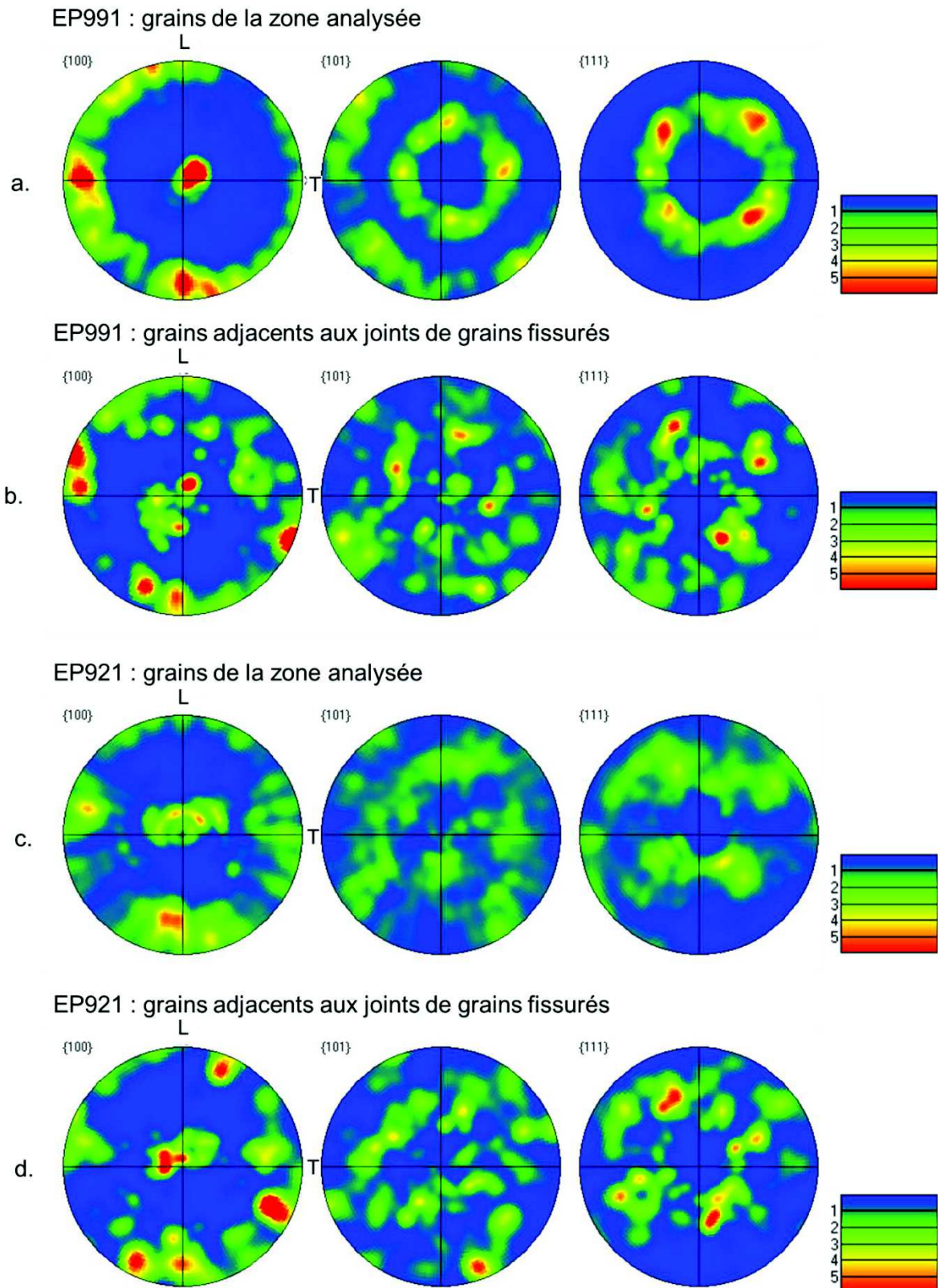


Figure III-17 : Comparaison des figures de pôles des grains de la zone analysée et des grains adjacents aux joints de grains fissurés respectivement en (a.) et (b.) pour l'éprouvette EP991 prélevée dans le plan TL du moule A, et respectivement en (c.) et (d.) pour l'éprouvette EP921 prélevée dans le plan TL du moule B

La morphologie des grains est analysée à partir des cartographies EBSD. L'aire des grains est calculée à partir du nombre de pixels qui composent le grain (la taille d'un pixel étant de  $49 \mu\text{m}^2$ ). Les Figure III-18 et Figure III-19 illustrent, en barreaux pleins, les distributions des

aires des grains de chaque zone analysée et en barreaux hachurés celles des grains adjacents aux joints de grains fissurés pour les différents types d'éprouvettes U-bend étudiées (moule A TL/TS et moule B TL). Les zones analysées sont situées dans les zones les plus déformées des éprouvettes U-bend et qui peuvent être visualisées sur les cartographies des Figure III-13, Figure III-14, Figure III-15 et Figure III-16. Le nombre de grains dans les zones analysées et le nombre de grains adjacents aux fissures pour chaque éprouvette sont reportés dans le Tableau III-3.

Eprouvette	Moule	Plan de prélèvement	Nombre de grains analysés	Nombre de grains autour des joints de grains fissurés
EP990	A	TL	612	47
EP991	A	TL	1024	67
EP992	A	TL	924	54
EP993	A	TL	1558	10
EP1291	A	TS	473	17
EP921	B	TL	905	69
EP922	B	TL	794	18

Tableau III-3 : Récapitulatif du nombre de grains analysés dans les zones caractérisées et le nombre de grains autour des joints de grains fissurés pour chaque éprouvette

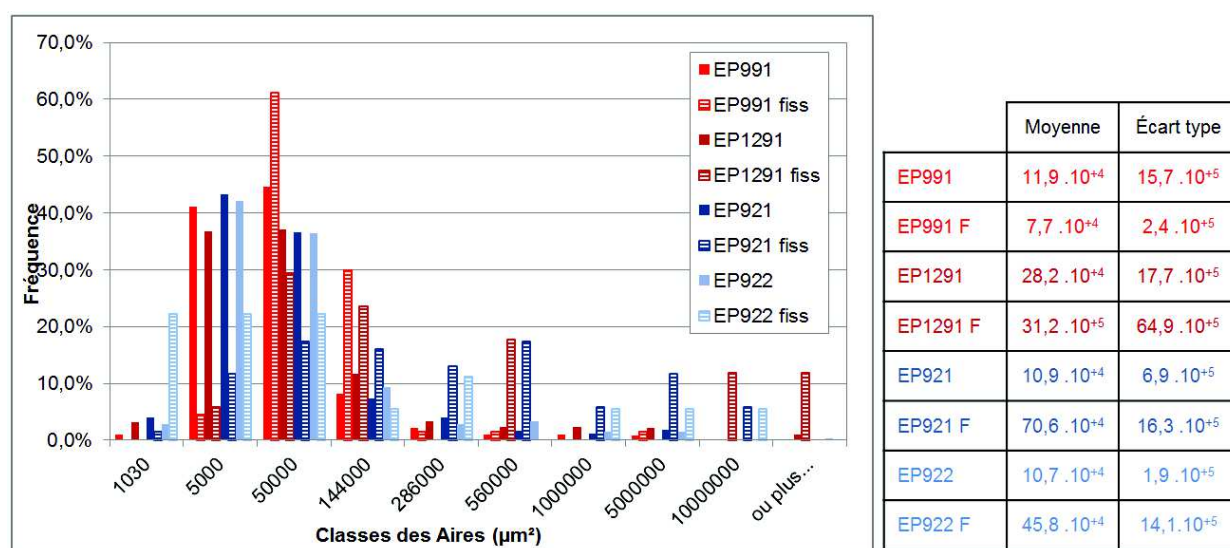


Figure III-18 : Comparaison : en barreaux pleins des distributions des aires de tous les grains des zones analysées provenant des éprouvettes EP921, EP922, EP991, EP1291 issues des moules A et B et pour différents sens de prélèvement, en barreaux hachurés des distributions des aires des grains adjacents aux joints de grains fissurés. Le tableau reprend les valeurs statistiques en termes de moyenne et d'écart type pour chaque analyse et la lettre F ou la notation fiss correspond aux analyses des grains adjacents aux fissures

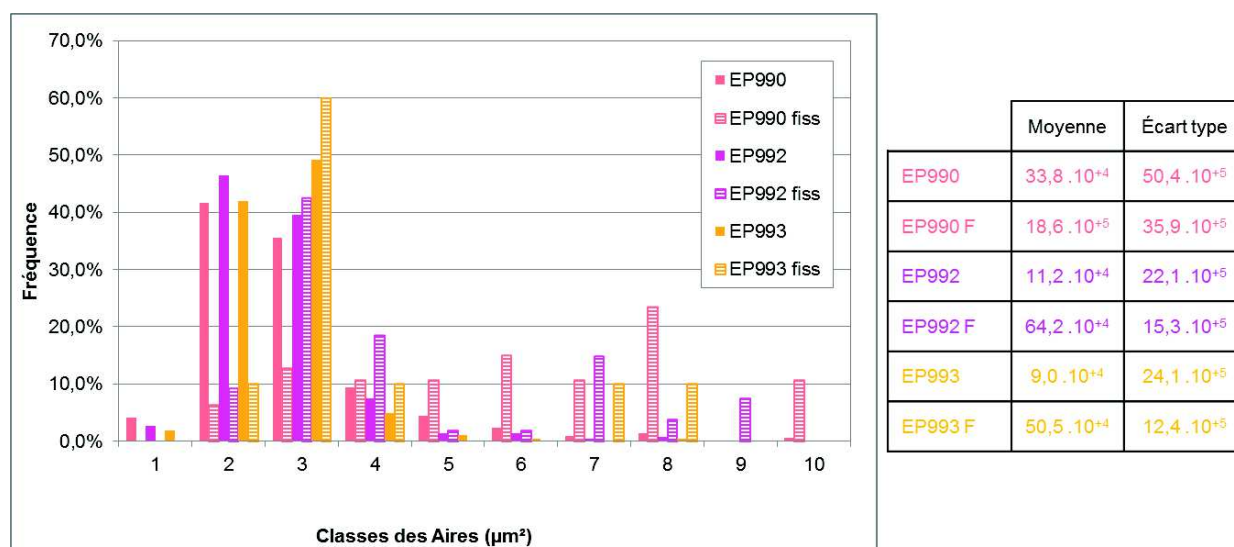


Figure III-19 : Comparaison en barreaux pleins des distributions des aires de tous les grains des zones analysées provenant des éprouvettes EP990, EP992 et EP993 issues du plan de prélèvement TL du moule A, en barreaux hachurés des distributions des aires des grains adjacents aux joints de grains fissurés. Le tableau reprend les valeurs statistiques en termes de moyenne et d'écart-type pour chaque analyse et la lettre F ou la notation fiss correspond aux analyses des grains adjacents aux fissures

La comparaison entre les aires moyennes des grains adjacents aux joints de grains fissurés et celles des zones analysées ne permet pas de trouver de corrélation évidente. En effet, dans le cas du moule A/TL, deux cas (EP990 et EP991) présentent des aires moyennes de grains fissurés inférieures à la valeur moyenne et deux autres cas (EP992 et EP993) présentent des aires moyennes des grains fissurés supérieures à celles des grains des zones analysées. L'éprouvette U-bend du moule A prélevée dans le plan TS présente, quant à elle, des aires moyennes équivalentes entre les grains adjacents aux joints de grains fissurés et celles de la zone globale analysée. En revanche pour les deux éprouvettes prélevées dans le plan TL du moule B, les aires moyennes des grains adjacents aux joints de grains fissurés sont plus élevées d'un facteur 7 et 4 respectivement pour les éprouvettes EP921 et EP922.

Cependant, les écarts-types déterminés mettent en évidence une forte dispersion des résultats. Par ailleurs, lorsque l'on observe les distributions des éprouvettes EP991, EP992, et EP993 du moule A/TL, on observe que la majorité des grains adjacents aux fissures ont une aire inférieure à  $50\,000\ \mu\text{m}^2$ . Ceci est en accord avec les observations de la Figure III-13 qui mettent en évidence une majorité de fissures dans des clusters de petits grains (aire inférieure à  $50\,000\ \mu\text{m}^2$ ). L'éprouvette U-bend EP922 du moule B/TL présente également 65% des grains adjacents avec une aire inférieure à  $50\,000\ \mu\text{m}^2$ . A contrario, les éprouvettes EP990 et EP1291 respectivement prélevées dans le moule A/TL et le moule A/TS, et l'éprouvette U-bend EP921 du moule B/TL, présentent des dispersions avec des écarts-types plus élevés et leurs distributions mettent en évidence la présence de grains avec des aires élevées (supérieures à  $50\,000\ \mu\text{m}^2$ ).

Bien que des tendances montrent une grande quantité de grains adjacents aux joints fissurés présentant des aires inférieures à  $50\,000\ \mu\text{m}^2$ , ce qui est le cas de  $\frac{3}{4}$  des éprouvettes, il ne semble pas y avoir de valeur seuil permettant de définir un critère concernant l'aire spécifique des grains autour des joints qui ont fissuré.

Afin de compléter notre investigation concernant les caractéristiques des grains associés aux joints fissurés, nous nous intéressons à la capacité des grains à se déformer plastiquement. Cette capacité est corrélée à la taille de grain et peut s'exprimer au travers de la loi Hall-Petch [Hall1951] :

$$\sigma_e = \sigma_0 + k_{HP}d^{-1/2}$$

Équation 3



avec  $\sigma_e$  la limite élastique,  $\sigma_0$  la contrainte d'écoulement de référence du matériau,  $d$  le diamètre du grain et  $k_{HP}$  la constante matériau de Hall-Petch. Cette loi met donc en évidence que la limite élastique est inversement proportionnelle à la racine carrée de la taille des grains et stipule, dans notre cas, que le plus gros grain du couple adjacent à la fissure doit être le grain le plus favorable aux mouvements des dislocations sous réserve d'être favorablement orienté du point de vue cristallographique (loi de Schmid et Boas [Schmid1935]). La présence, dans notre cas, d'une population de grains de tailles très hétérogènes pourrait donc influencer le comportement mécanique du matériau. En effet, il est observé sur les Figure III-20 (a.) et (b.) que la distribution des facteurs de Schmid, pour les systèmes de glissement  $\{111\} \langle 110 \rangle$ , et pour une direction de sollicitation suivant l'axe T, est favorable pour la déformation à la fois des grains de la zone analysée (barreaux pleins) et notamment des grains adjacents aux joints de grains fissurés (barreaux hachurés). Le facteur de Schmid ne peut donc pas être un critère discriminant du point de vue de la plasticité. De plus, comme la structure cristallographique de l'alliage de l'étude est la structure cubique à faces centrées (CFC), structure qui contient 12 systèmes de glissement potentiellement actifs avec les plans de glissement  $\{111\}$  et les directions de glissement  $\langle 110 \rangle$ , la probabilité qu'un système de glissement soit favorablement orienté vis-à-vis du chargement appliqué est donc élevée, quelle que soit l'orientation du grain. C'est pourquoi, le facteur de Schmid n'est pas jugé comme étant un paramètre de premier ordre pour expliquer l'apparition des fissures dans notre cas de figure.

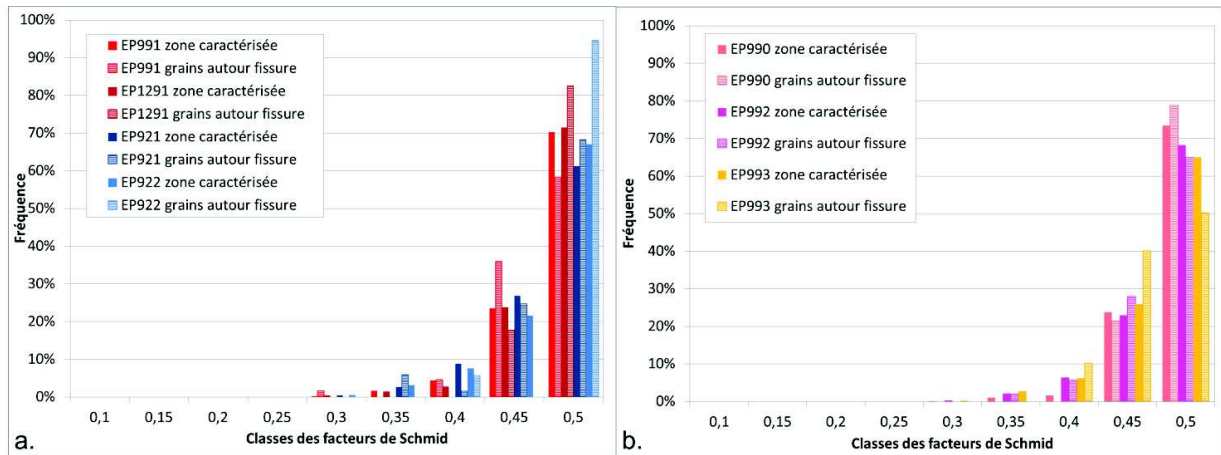


Figure III-20 : (a.) Distributions des facteurs de Schmid pour les éprouvettes EP 991, EP1291, EP921, EP922 et (b.) Distribution des facteurs de Schmid pour les éprouvettes du moule A prélevées dans le sens TL : EP990, EP992, et EP993. Barreaux pleins : ensemble des grains des zones analysées, barreaux hachurés : grains adjacents aux joints de grains fissurés

Le facteur de Schmid n'étant pas un paramètre pertinent, la différence de taille entre grains adjacents aux joints de grains fissurés a été explorée. Le but est donc de déterminer ici si la différence de taille de grains peut être significative et dans quelle mesure elle l'est. Pour cela, un facteur multiplicateur a été calculé afin d'évaluer la différence de taille de grains entre les plus gros grains et les plus petits grains adjacents aux joints fissurés. Cette opération a été réalisée sur l'ensemble des couples de grains adjacents aux joints de grains fissurés. Le facteur multiplicateur est calculé selon la formule suivante :

$$\text{Facteur multiplicateur} = \frac{\text{Aire}_{\text{gros grain}}}{\text{Aire}_{\text{petit grain}}} \quad \text{Équation 4}$$

La Figure III-21 présente la distribution des facteurs multiplicateurs pour chaque type d'éprouvettes testées : issues du moule A prélevées dans les plans TL et TS (respectivement EP991 et EP1291) et issue de moule B prélevées dans le plan TL (EP921). La figure met en évidence qu'il y a une faible proportion de couples de grains ayant une taille similaire, i.e. dans la classe comprise entre 1 et 1,06. L'annexe 8 présente les distributions des facteurs multiplicateurs des autres éprouvettes U-bend fissurées.

Les facteurs multiplicateurs des couples de grains adjacents aux joints de grains fissurés présentent des valeurs plus faibles que ceux calculés pour l'ensemble des couples de grains des zones analysées. De plus, les distributions des grains des cartographies caractérisées et des grains adjacents aux joints fissurés présentent des écarts-types plus élevés que la moyenne, signifiant une forte hétérogénéité des facteurs de forme. Les distributions des grains adjacents aux joints de grains fissurés ne présentent donc pas de différences significatives vis-à-vis des distributions des zones analysées ce qui signifie que ce paramètre ne peut être considéré comme prépondérant.

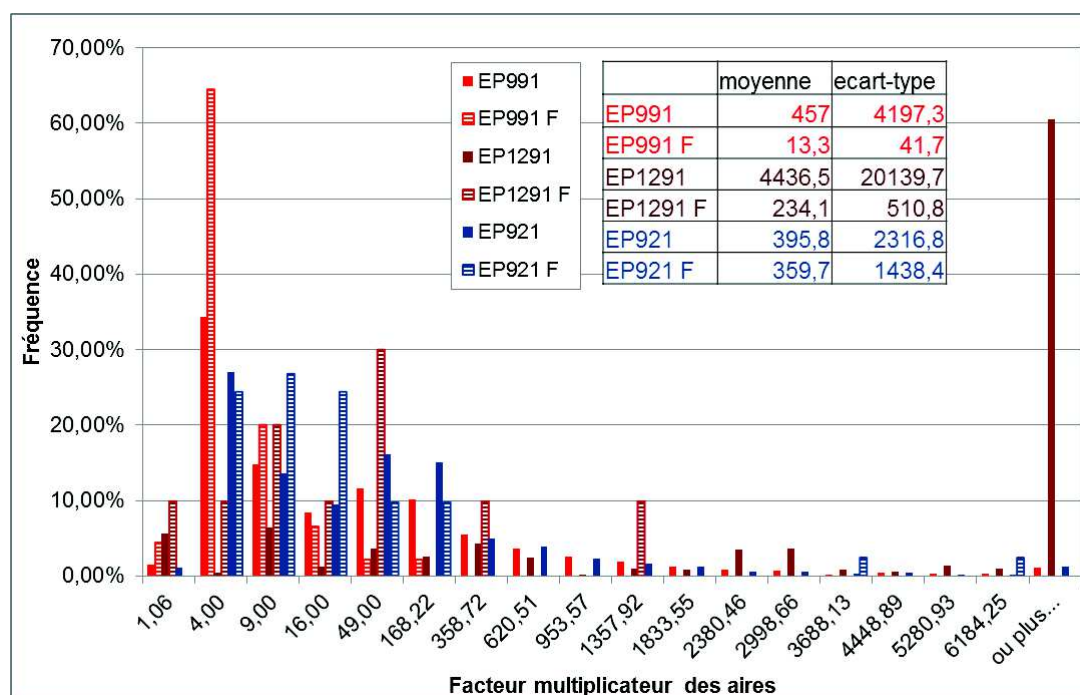


Figure III-21 : Distributions des facteurs multiplicateurs caractérisant la différence de taille de grains entre couples de grains adjacents aux joints de grains fissurés dans le sens TS. Les moyennes et les écarts-types des distributions sont également reportés dans le tableau à côté de la légende.

Afin de corréler la taille des grains avec la différence de taille, le graphique de la Figure III-22 présente l'aire du plus petit des deux grains adjacents au joint fissuré. Ce graphique permet de mettre en évidence que plus de 50% des grains adjacents aux joints de grains fissurés ont une aire inférieure à 50 000  $\mu\text{m}^2$ , ce qui représente un diamètre équivalent de 250  $\mu\text{m}$ , soit un grain qualifié de « petit grain ». Cela concerne 55% et 66% des éprouvettes du moule B/TL respectivement EP921 et EP922 mais également 84%, 72% et 83% respectivement pour les éprouvettes EP991, EP992 et EP993 du moule A/TL, et 50% pour l'éprouvette EP1291 du moule A/TS. Une exception est toutefois à noter avec l'éprouvette EP990 qui présente seulement 26% de grains dont l'aire est inférieure à 50 000  $\mu\text{m}^2$ .

En ce qui concerne les facteurs de forme, la Figure III-23 présente la distribution des facteurs de forme des grains des zones analysées et ceux des grains adjacents aux joints fissurés pour une éprouvette fissurée de chaque type (moule A/TL avec l'éprouvette EP991, moule A/TS avec l'éprouvette EP1291 et moule B/TL avec l'éprouvette EP921). Les distributions des autres éprouvettes U-bend sont reportées dans l'annexe 9. Ce graphique montre que la morphologie des grains adjacents aux joints de grains fissurés est similaire à la morphologie des grains des zones analysées pour les éprouvettes prélevées dans le plan TL. L'éprouvette du plan TS présente toutefois plus de grains fortement allongés que la distribution de la zone analysée, cela peut être dû au faible nombre de grains qui sont analysés, 17, par rapport au nombre de grains de la zone analysée qui est de 473.

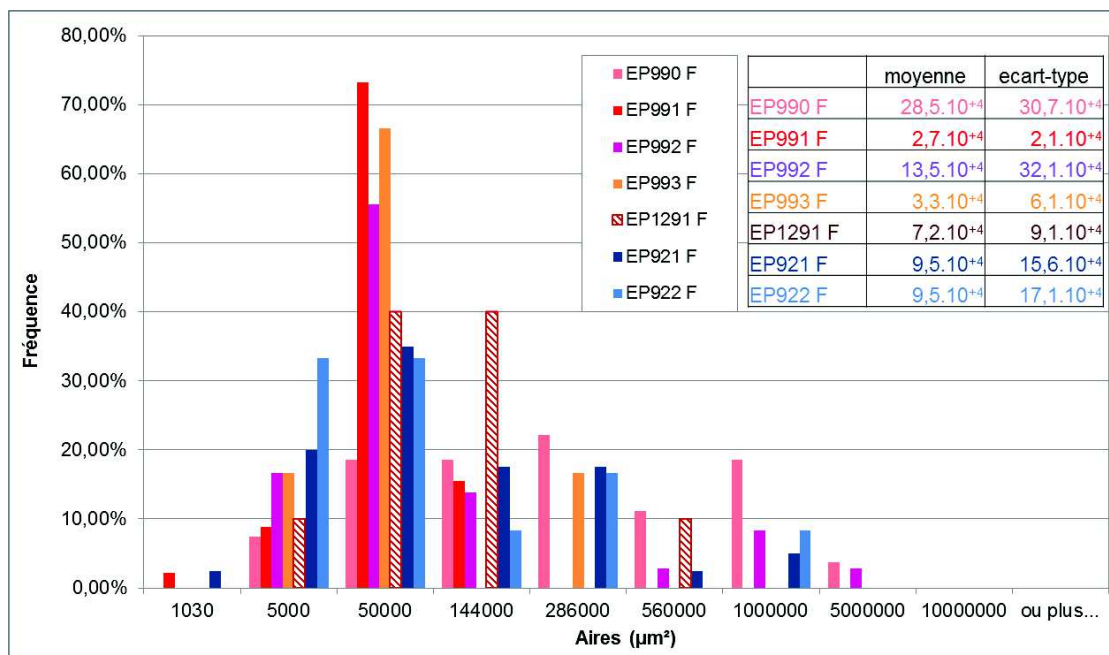


Figure III-22 : Distributions de la plus petite aire entre grains adjacents aux joints de grains fissurés. Epreuves issues du moule A prélevées dans le plan TL et TS et du moule B dans le plan TL. Les moyennes et les écarts-types des distributions sont également reportés dans le tableau à côté de la légende.

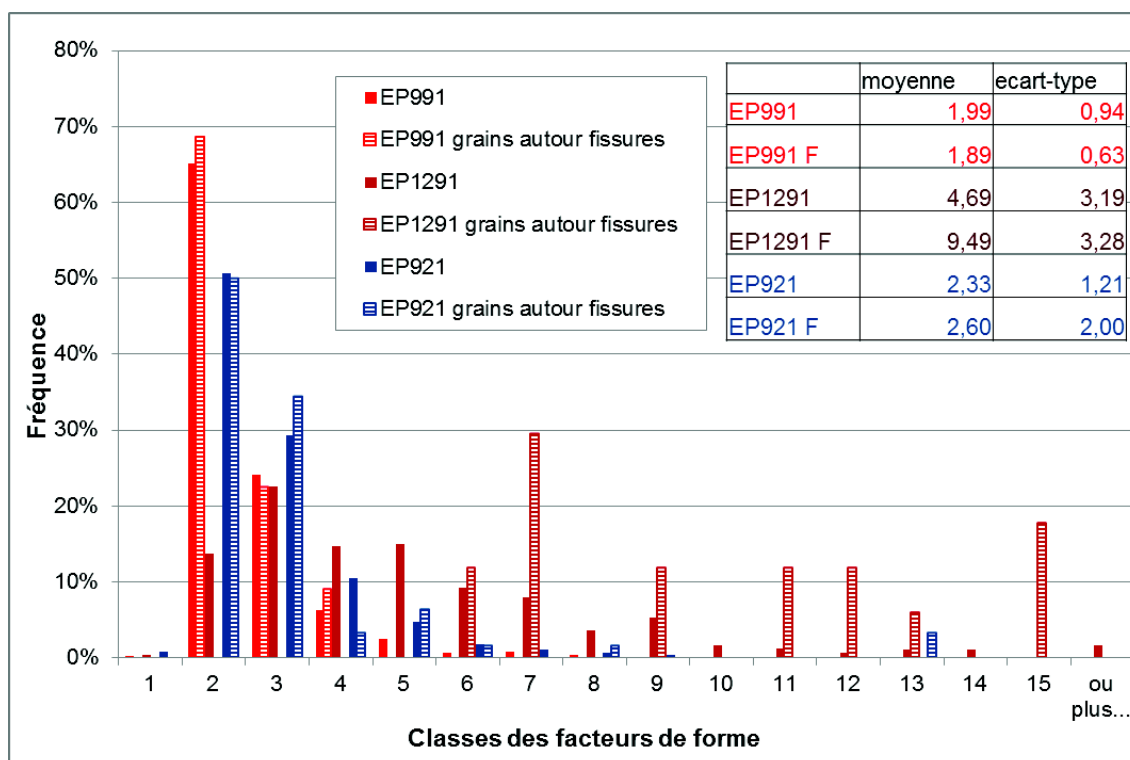


Figure III-23 : Comparaison de la distribution des facteurs de forme entre les grains présents dans les zones analysées (barreaux pleins) et les grains adjacents aux fissures observées (barreaux hachurés). Epreuve EP921 prélevée dans le moule B dans le sens TL, EP991 prélevée dans le moule A dans le sens TL, et EP1291 prélevée dans le moule A dans le sens TS. Les moyennes et les écarts-types des distributions sont également reportés dans le tableau à côté de la légende.

### ❖ Bilan

L'objectif de ce paragraphe (III.3.1) concernait la recherche de corrélations entre la microstructure définie par des paramètres morphologiques et/ou cristallographiques et les sites d'amorçage de fissures de CSC.

Les analyses statistiques ont ainsi mis en évidence que les paramètres concernant les orientations cristallographiques (angles d'Euler :  $\phi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\phi_2$ ), les facteurs de Schmid et les facteurs de forme n'étaient pas des paramètres pertinents pour prévoir l'apparition de fissures de CSC. En effet, les grains adjacents aux joints de grains fissurés présentent des distributions globalement similaires à celles des zones statistiques analysées par EBSD. Cette constatation concerne à la fois les éprouvettes prélevées dans le moule A et celles prélevées dans le moule B suivant le plan de prélèvement TL. En effet, les facteurs de forme des grains adjacents aux joints de grains fissurés de l'éprouvette prélevée dans le plan TS du moule A présente une distribution de facteurs de forme avec des valeurs plus élevées que la distribution de la zone analysée.

Les statistiques et les superpositions des fissures sur la microstructure ont confirmé que :

- les fissures sont intergranulaires et perpendiculaires à la direction de sollicitation,
- les joints de grains fissurés sont majoritairement (95,5%) des joints de grains généraux.

Les éprouvettes prélevées dans le plan TL présentent plus de fissures que les éprouvettes prélevées dans le plan TS. L'analyse des grains adjacents aux joints de grains fissurés a mis en évidence dans le cas du moule A et pour des éprouvettes prélevées dans le plan TL que 3 éprouvettes sur 4 ont amorcé dans les zones de cluster. Ces zones ont la spécificité de contenir des petits grains dont les orientations cristallographiques sont différentes de la texture globale (la direction  $\langle 100 \rangle$  n'est pas parallèle à l'axe S). Ces clusters de petits grains, présents régulièrement dans la microstructure (cf Chapitre II), pourraient correspondre à des zones de pieds de passe de soudure comme l'indiquent les observations des plans TS. Les statistiques liées aux grains adjacents aux joints de grains fissurés ont mis en évidence que plus de 70% de ces grains présentent une aire inférieure à 50 000  $\mu\text{m}^2$ . La différence de taille qui peut être observée entre les grains adjacents aux joints de grains fissurés ne présente pas de différence par rapport aux différences de taille entre les grains adjacents aux joints de grains des zones analysées.

Notons que l'éprouvette EP990 est une exception car elle ne présente pas de clusters avec des orientations cristallographiques différentes de la texture globale alors que le nombre de fissures observées sur cette dernière est aussi élevé que pour ses homologues. Seuls 26% des grains adjacents aux fissures ont une aire inférieure à 50 000  $\mu\text{m}^2$ , ce qui est environ 3 fois plus faible que pour les autres éprouvettes du moule A/TL. Cette différence pourrait s'expliquer par la présence dans la couche sous-jacente de l'éprouvette de clusters à petits grains d'orientations cristallographiques différentes de la texture globale, ce qui sensibiliserait la zone fissurée.

Concernant le moule B, les seules éprouvettes fissurées ont été prélevées dans le plan TL. Les zones de clusters y sont moins marquées que pour les éprouvettes issues du moule A. En effet, les orientations cristallographiques des grains des clusters sont plus aléatoires comme le montre la texture cristallographique globale. Les grains adjacents aux joints de grains fissurés ont une aire inférieure à 50 000  $\mu\text{m}^2$ , dans 55% et 65% des cas pour les éprouvettes EP921 et EP922, respectivement.

Pour l'éprouvette fissurée du moule A/TS (EP1291), bien que la zone déformée de l'U-bend contienne des clusters de petits grains qui semblent être en pieds de passe, les fissures ne se sont pas amorcées dans ces zones. En revanche, les statistiques révèlent que 50% des grains ont une aire inférieure à 50 000  $\mu\text{m}^2$  et un facteur de forme moyen plus élevé que la valeur moyenne de la zone analysée. La valeur élevée des facteurs de forme est caractéristique de la morphologie des grains dans ce sens de prélèvement (parallèle au sens de croissance des dendrites).



On peut donc conclure que, dans la majorité des cas, soit pour 6 éprouvettes sur 7 :

- au moins un des deux grains adjacents présente une taille inférieure à  $50000 \mu\text{m}^2$ ,
- que la taille de l'autre grain est supérieure, avec un facteur multiplicateur plus élevé dans le cas du moule B que dans le cas du moule A.

Il semblerait donc qu'un critère de sensibilité à l'amorçage de fissures de CSC associé à la taille de grains ne puisse pas être écarté aussi bien pour le moule A que pour le moule B, mais nécessite encore de nombreuses investigations.

Afin d'approfondir cette corrélation, une étude complémentaire portant sur la chimie locale des zones à petits grains a été menée.

### **III.3.2 Etude des hétérogénéités de composition chimique au sein d'une passe de soudage**

De nombreux paramètres (courant, polarité du courant, intensité, vitesse d'avance, etc...) peuvent influencer les caractéristiques d'une zone soudée. Par conséquent, les conditions de solidification de la microstructure sont difficiles à prévoir. De plus, il y a peu, voire pas, de possibilités de modification de la microstructure après réalisation, à l'exception d'un traitement thermique de détensionnement, bien que cette dernière opération affecte assez peu la microstructure globale du métal. L'état métallurgique du cordon provient d'un couplage entre l'apport énergétique de la torche (source d'énergie) et l'apport du métal (Alliage 82). Avant la solidification de l'alliage, le métal fondu suit des mouvements de convection résultant de la combinaison de tension superficielle du bain et de forces électromagnétiques. Ces courants du fluide décrits dans la littérature [Kou2003] [Robin2009] peuvent à la fois avoir une influence sur la solidification de la microstructure mais également sur la ségrégation des espèces chimiques présentes dans le bain de fusion. Le métal fondu se solidifie de manière dendritique, comme explicité dans le paragraphe II.4.1, et les impuretés rejetées par la phase solide se retrouvent dans les espaces interdendritiques, dernières zones à se solidifier. Les impuretés en pieds de passes résultant de ce processus de solidification pourraient favoriser l'apparition de nouveaux grains. De plus, un phénomène de recristallisation des grains se produit en raison du caractère multi-passes des opérations de soudage. Le résultat de ces différentes séquences inhérentes au procédé pourrait rendre les zones en pieds de passes plus sensibles à la CSC en raison des impuretés en pieds de passes de soudage.

#### **III.3.2.1 Objectifs et démarche**

Cette partie de l'étude a trois objectifs relevant de la caractérisation de l'hétérogénéité chimique des soudures, et en particulier, la distribution des espèces chimiques au sein des passes de soudage. Le premier objectif est d'observer l'effet du traitement thermique de 7h à  $600^\circ\text{C}$  sur la précipitation, notamment intergranulaire, des deux nuances d'Alliages 82 étudiées. En effet, il a été observé une meilleure résistance à l'amorçage de fissures par CSC du moule B' vis-à-vis des moules A et B.

Le deuxième objectif de l'étude concerne la sensibilité à la fissuration des zones à petits grains (présentant, de plus, des orientations cristallographiques différentes de l'ensemble de la soudure). Cette sensibilité est notamment observée sur les éprouvettes U-bend prélevées dans le moule A, dans lesquelles les zones de clusters correspondent aux pieds des passes de soudage (Figure III-24). Des cartographies d'éléments chimiques en pied et en milieu de passe ont ainsi été réalisées pour y comparer la précipitation (nature des précipités, tailles, distribution).

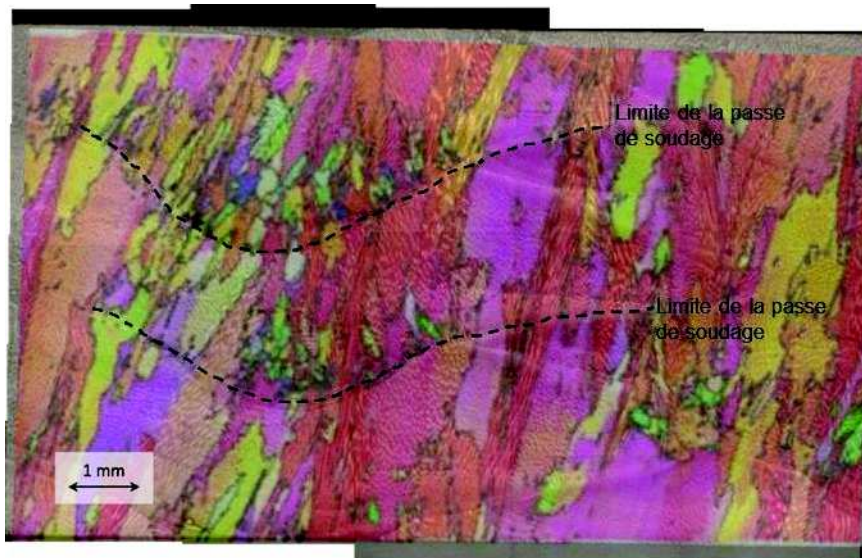


Figure III-24 : Superposition de la microstructure observée au microscope optique et caractérisée par EBSD : plaquette EP1295 prélevée dans le plan TS du moule A

Le troisième, et dernier, objectif est la recherche du soufre au niveau des joints de grains dans les zones à petits grains. En effet, une concentration en impuretés plus élevée renforcerait l'hypothèse d'une ségrégation préférentielle dans ces zones, pouvant se traduire par une augmentation du niveau d'impuretés dans les joints de grains, abaissant ainsi leur énergie de cohésion et les rendant plus sensibles à la fissuration par CSC. Cette étude a principalement porté sur le moule A et le moule A', partie du moule A traité thermiquement 7h à 600°C, puisque ces deux moules présentent une teneur en soufre plus élevée (0,017%massique) que les moules B et B' (<0,001%massique). Cette étude s'appuie sur les résultats de la littérature des alliages à base de nickel où il a été vu que le soufre était un élément qui pouvait ségréger aux joints. C'est le cas dans les études de Peng *et al* [Peng2003] qui montrent la formation de sulfures de manganèse aux joints de grains de l'alliage 182 néfaste pour la tenue à la CSC comme le reporte Peng *et al*. [Peng2013].

Afin de repérer les zones d'intérêt sur les différents échantillons, des empreintes de microdureté ont été réalisées. La sélection des zones a été réalisée à la fois à l'aide des cartographies EBSD et des observations optiques de la surface des échantillons après polissage. L'usage des empreintes de dureté est d'autant plus utile que la rugosité de surface après polissage électrolytique n'est pas acceptable pour les analyses chimiques qui vont suivre. Il est donc nécessaire de polir les échantillons après leurs caractérisations. L'utilisation des empreintes permet donc de conserver le marquage des zones d'intérêt. Chaque zone contient à minima un joint de grains.

Les zones choisies sont au nombre de :

- 3 sur le moule A (brut de soudage) : 1 en milieu de passe, 1 en pied de passe avec des gros grains et 1 en pied de passe avec des petits grains (Figure III-25 (a.)),
- 2 sur le moule A' (traité thermiquement) : 1 en milieu de passe et 1 en pied de passe avec des petits grains (Figure III-25 (b.)),
- 2 sur le moule B (brut de soudage) : 1 en milieu de passe et 1 en pied de passe à petits grains (Figure III-26 (a.)),
- 2 sur le moule B' (traité thermiquement) : 1 en milieu de passe et 1 en pied de passe à petits grains (Figure III-26 (b.)).



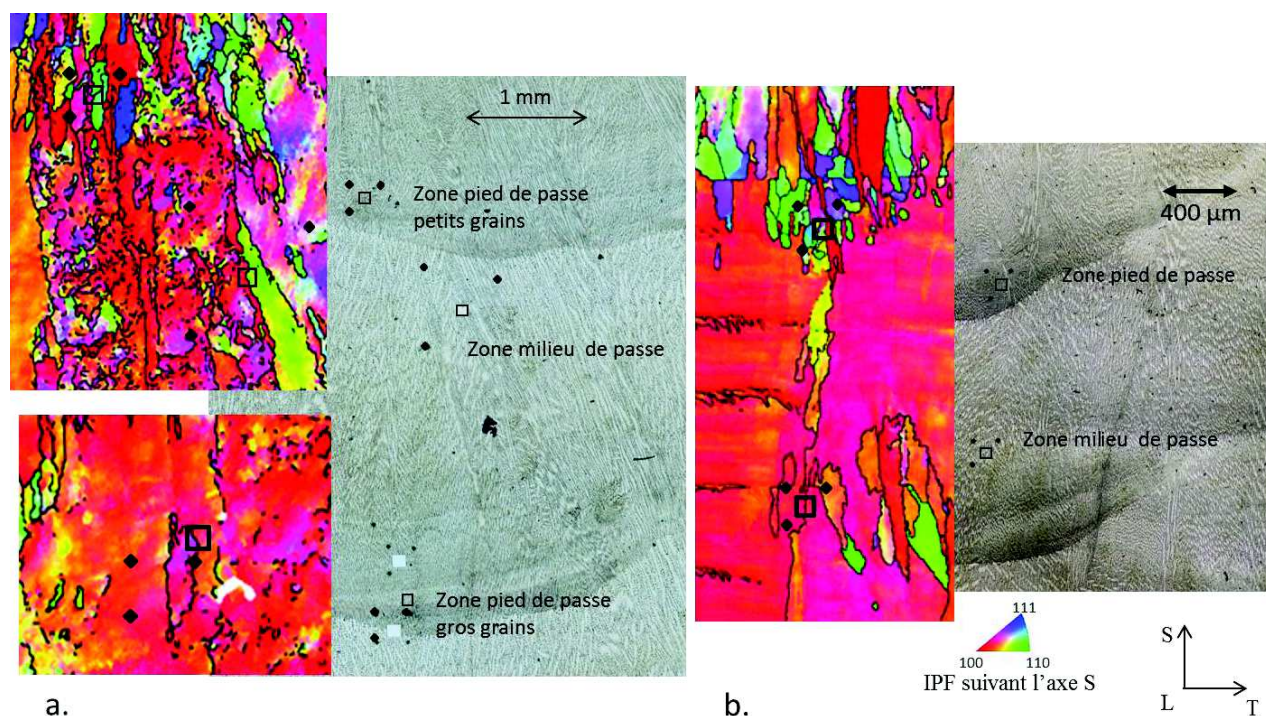


Figure III-25 : Repérages des zones analysées par microsonde et correspondance avec la microstructure analysée par EBSD pour le moule A brut de soudage (a.) et traité thermiquement (b.)

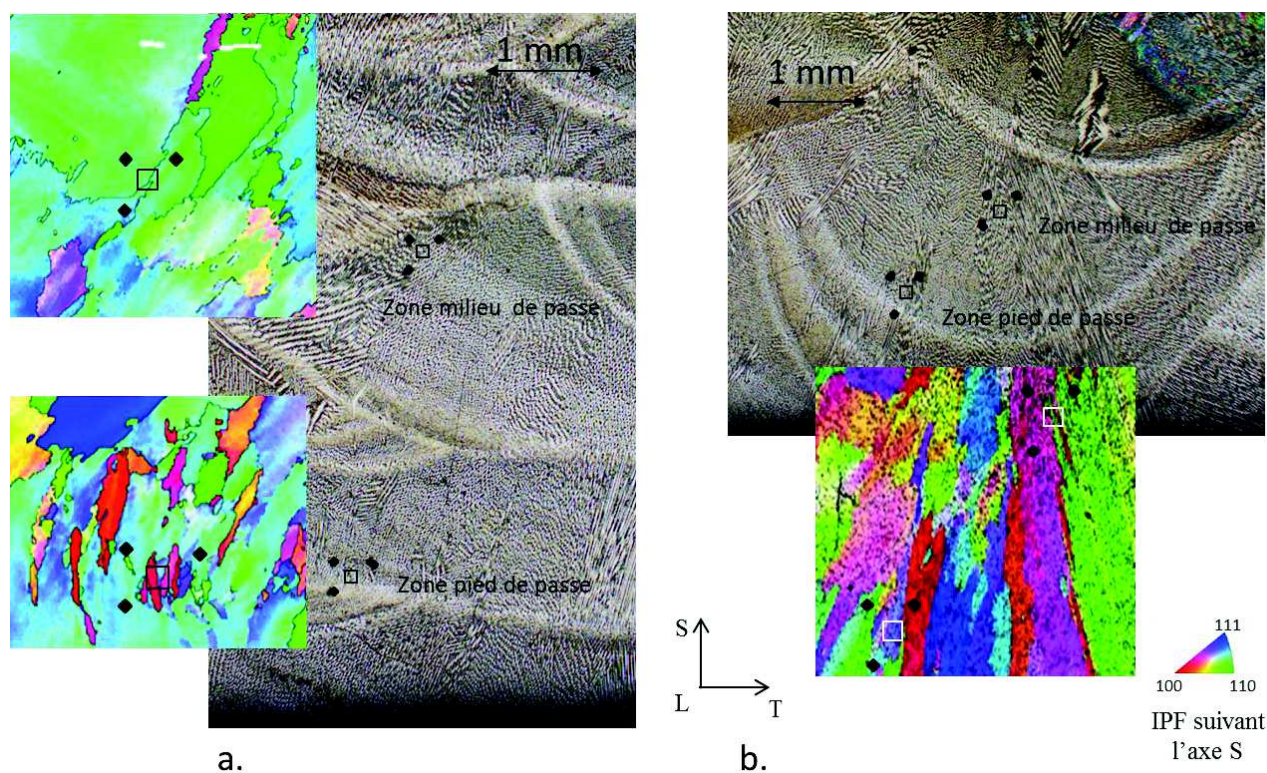


Figure III-26: Repérages des zones analysées par microsonde avec correspondance de la microstructure analysée par EBSD pour le moule B (a.) et moule B' (b.)

Les techniques d'analyse utilisées sont les suivantes : le MET (EDX), la microsonde de Castaing et le SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry). Ils permettent une analyse à des échelles complémentaires. La description technique du MET a été donnée dans le paragraphe II.5.

Les analyses par microsonde ont été effectuées sur une microsonde électronique de Castaing SX100 de CAMECA (Electron Probe Micro Analyser, EPMA) au Centre des Matériaux de Mines ParisTech. Ces analyses sont non destructives et permettent de caractériser la nature des éléments chimiques présents sur la surface d'un échantillon à l'aide de l'analyse du rayonnement X réémis par ces éléments suite à l'interaction de ces derniers avec le faisceau d'électrons incident. Le volume de détection associé à la poire d'interaction est de l'ordre du micromètre cube avec une résolution latérale de quelques  $\mu\text{m}$  et une sensibilité de l'ordre de 100 ppm. La détection des rayons X est effectuée à l'aide de 4 spectromètres verticaux à dispersion de longueur d'onde de type WDS équipés de 12 cristaux analyseurs (1 PC1, 1 PC2, 1 LPC2, 3 TAP, 2 LiF, 1 LLiF, 2 PET, 1 LPET). La sensibilité de détection de chaque spectromètre est différente afin de détecter un maximum d'éléments chimiques. Treize éléments ont été analysés : le nickel, le chrome, l'aluminium, le titane, le fer, le niobium, le soufre, le manganèse, le silicium, le phosphore, le cobalt, le molybdène et le cuivre.

Les conditions d'analyse sont :

- Tension d'accélération : 15 keV
- Courant de sonde : 65 nA
- Résolution spatiale : 0,5  $\mu\text{m}$

Les analyses par microsonde de Castaing ont été réalisées sur les échantillons polis-miroir. La taille de la zone analysée est de 100 x 100  $\mu\text{m}^2$ .

La technique d'analyse par SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry) permet d'analyser en surface la composition chimique des alliages avec une sensibilité de détection de l'ordre de 10 ppb atomiques, soit une sensibilité plus élevée que celle de la microsonde de Castaing. Les analyses par SIMS ont été effectuées sur un SIMS IMS 7f (CAMECA) au laboratoire GEMaC de l'Université de Versailles-Saint-Quentin-en-Yvelines. La résolution en profondeur du SIMS est de quelques nanomètres et varie suivant l'énergie d'impact du faisceau primaire et la résolution latérale est de l'ordre de 50 nm. Cette analyse est destructive. En effet, un faisceau d'ions primaires, percute la surface des échantillons produisant une abrasion de la surface. Les ions secondaires, résultant de l'interaction ions primaires/échantillon, sont récoltés et analysés dans la colonne secondaire équipée d'un spectromètre de masse (Figure III-27) laissant place sur l'échantillon à un cratère [CoursProbion].

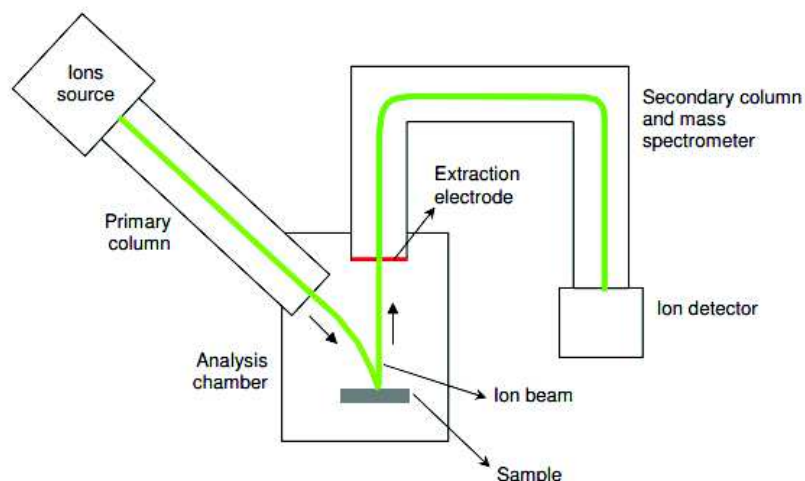


Figure III-27 : Schéma des principaux composants de l'instrumentation du SIMS [CoursProbion]

Selon les éléments analysés, deux types de sources sont utilisées pour générer les ions primaires : une source césium  $\text{Cs}^+$  et une source dioxygène  $\text{O}_2^+$ . Le Tableau III-4 répertorie les



différents éléments qui ont été analysés lors de cette étude. L'utilisation d'une source par rapport à l'autre dépend de la nature de l'élément analysé, de son électropositivité et de son électronégativité.

Les surfaces analysées sont de  $150 \times 150 \mu\text{m}^2$  avec une résolution de  $256 \times 256$  pixels, soit  $0,5 \mu\text{m}$ . Un décapage préliminaire a été réalisé avant chaque analyse sur une surface de  $200 \times 200 \mu\text{m}^2$  pendant 6 à 10 min avec un courant ionique de 50 nA. Puis au cours de l'analyse, les conditions expérimentales sont une tension d'accélération de 150 eV et un courant ionique de 46 pA.

source	Eléments analysés
$\text{Cs}^+$	carbone, oxygène, dioxygène $\text{O}_2$ , soufre, dioxyde de soufre $\text{SO}_2^-$ , oxyde d'aluminium $\text{AlO}$ , oxyde de titane $\text{TiO}$ , sulfure de manganèse $\text{MnS}$
$\text{O}_2^+$	Nickel, chrome, aluminium, titane, fer, niobium

Tableau III-4 : Eléments analysés par SIMS pour chaque type de source

### III.3.2.2 Effet du traitement thermique sur la microstructure de la soudure

Dans un premier temps, l'effet du traitement thermique sur la précipitation a été étudié au MET sur les moules B et B'. Les analyses de la précipitation intragranulaire sur le moule B' a mis en évidence le même type de précipitation de celle observée sur le moule B, à savoir des précipités de forme irrégulière au contraste blanc des carbures de niobium avec, occasionnellement, une présence de titane observés sur la Figure III-28 (a.) et des précipités sphériques de contraste foncé de structure « core-shell », composés de carbures de niobium avec un cœur d'oxyde de titane  $\text{TiO}$ , parfois enrichis en aluminium et en manganèse.

D'autre part, la Figure III-28 (b.) met en évidence, en mode électrons rétrodiffusés (BSE) à fort grossissement, la présence d'une fine précipitation intergranulaire.

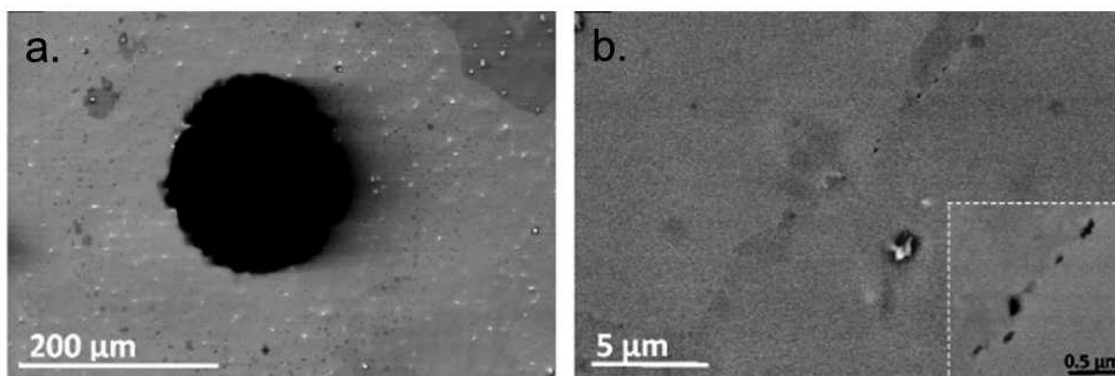


Figure III-28 : Observations MEB d'une lame mince issue du moule B' en mode électrons secondaires en (a.) (la partie centrale noire est le trou de la lame mince) et d'un joint de grains en mode électrons rétrodiffusés accompagné d'un agrandissement de la zone du joint en (b.) [Sennour2013]

Une caractérisation MET de cette précipitation intergranulaire a été réalisée (Figure III-29 (a.) et (b.)) et l'analyse EDX a mis en évidence que ces précipités étaient riches en chrome et en carbone (Figure III-29 (c.) et (d.)). En exploitant, par la technique de Fourier (FFT), l'image haute résolution réalisée sur un de ces précipités, il s'est avéré qu'il s'agit de carbures de chrome  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  (Figure III-29 (f.)). Des analyses EBSD réalisées sur les lames minces, non présentées dans ce manuscrit [Sennour2013], ont mis en évidence que ces carbures sont présents exclusivement sur les joints de grains de forte désorientation ( $> 15^\circ$ ).

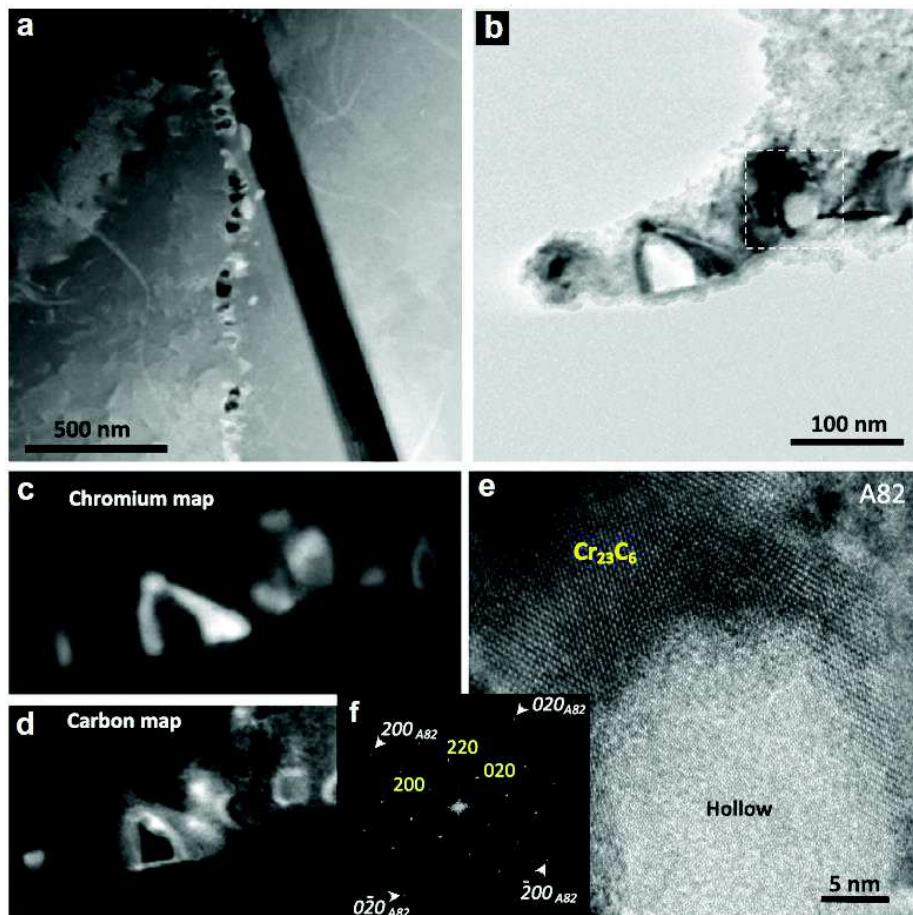


Figure III-29 : Images MET en mode STEM-HAADF d'un joint de grains du moule B' (a) et en mode TEM champ clair d'un autre joint du même moule (b.), (c.) et (d.) Des cartographies chimiques EFTEM du chrome et du carbone de la même zone que (b), (e) (e.) Image haute résolution de la zone encadrée en (b.) et la transformée de Fourier en (f.) mis en évidence la superposition des réseaux du carbure de chrome  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  (en jaune) et de l'Alliage 82 (en blanc)

Ces résultats et l'analyse comparative de la fissuration des moules B et B' semblent montrer que les carbures de chrome  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  intergranulaires ont une influence significative sur la sensibilité à la CSC de l'alliage.

Comme mentionné précédemment, et suite à ces observations, un traitement thermique a été appliqué à une tranche du moule A. Ce nouveau matériau est appelé moule A'. Les conditions du traitement thermique sont de 7h à 600°C, soit les mêmes conditions que celles appliquées pour le moule B'. Les analyses MET du moule A' n'ont pas mis en évidence une précipitation intergranulaire différente de celle observée dans le moule A. La Figure III-30 montre que la précipitation intergranulaire est composée essentiellement de carbures de niobium. Les analyses MET n'ont donc pas montré de carbures de chrome intergranulaires sur le moule A', à contrario de ce qui a été observé sur le moule B'. Une des explications proposées serait que la quantité de carbone et de chrome disponible dans l'alliage ne serait pas suffisante pour former des carbures de chrome. En effet, la teneur en chrome, mais surtout celle en carbone, du moule A' est plus faible que celle du moule B' (18% massique de chrome et 0,014% massique de carbone pour les moules A et A' au lieu de 19% massique de chrome et 0,025% massique de carbone pour les moules B et B').





répartition des aires est cependant semblable à celle observée sur les éprouvettes du moule A/TL.

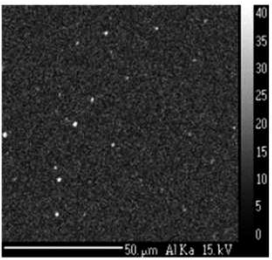
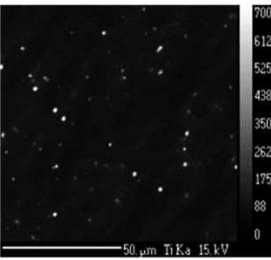
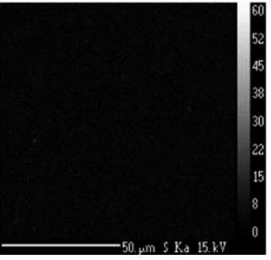
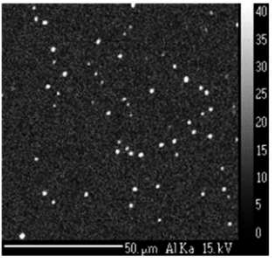
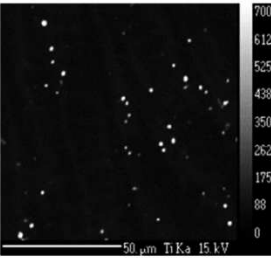
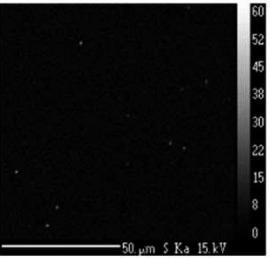
	Aluminium	Titane	Soufre
Moule B	 <p>Fraction surfacique : 0,14 %</p>	 <p>Fraction surfacique : 0,38 %</p>	 <p>Non détecté</p>
Moule B'	 <p>Fraction surfacique : 0,82 %</p>	 <p>Fraction surfacique : 0,55 %</p>	 <p>Fraction surfacique : 0,17 %</p>

Figure III-31 : Exemple de résultats représentatifs des analyses effectuées par microsonde de Castaing de l'aluminium, du titane et du soufre mesurées en surface sur les moules B et B' ainsi que les fractions surfaciques mesurées par Image J® sur chaque cartographie (100  $\mu\text{m}$  x 100  $\mu\text{m}$  avec une résolution de 0,5  $\mu\text{m}$ )

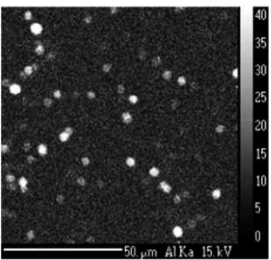
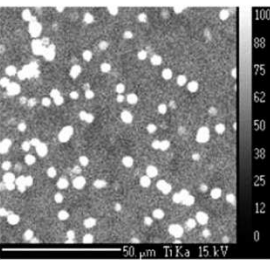
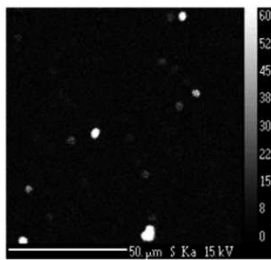
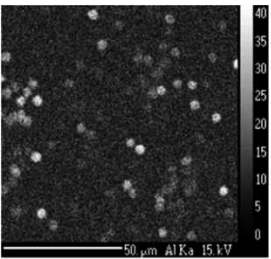
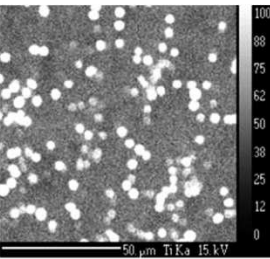
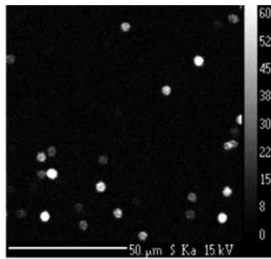
	Aluminium	Titane	Soufre
Moule A	 <p>Fraction surfacique : 5,61 %</p>	 <p>Fraction surfacique : 7,17%</p>	 <p>Fraction surfacique : 1,8 %</p>
Moule A'	 <p>Fraction surfacique : 6,15 %</p>	 <p>Fraction surfacique : 6,24%</p>	 <p>Fraction surfacique : 3,68 %</p>

Figure III-32 : Exemples de résultats représentatifs des analyses effectuées par microsonde de Castaing de l'aluminium, du titane et du soufre mesurées en surface sur les moules A et A' ainsi que les fractions surfaciques mesurées par Image J® de chaque cartographie (100  $\mu\text{m}$  x 100  $\mu\text{m}$  avec une résolution de 0,5  $\mu\text{m}$ )



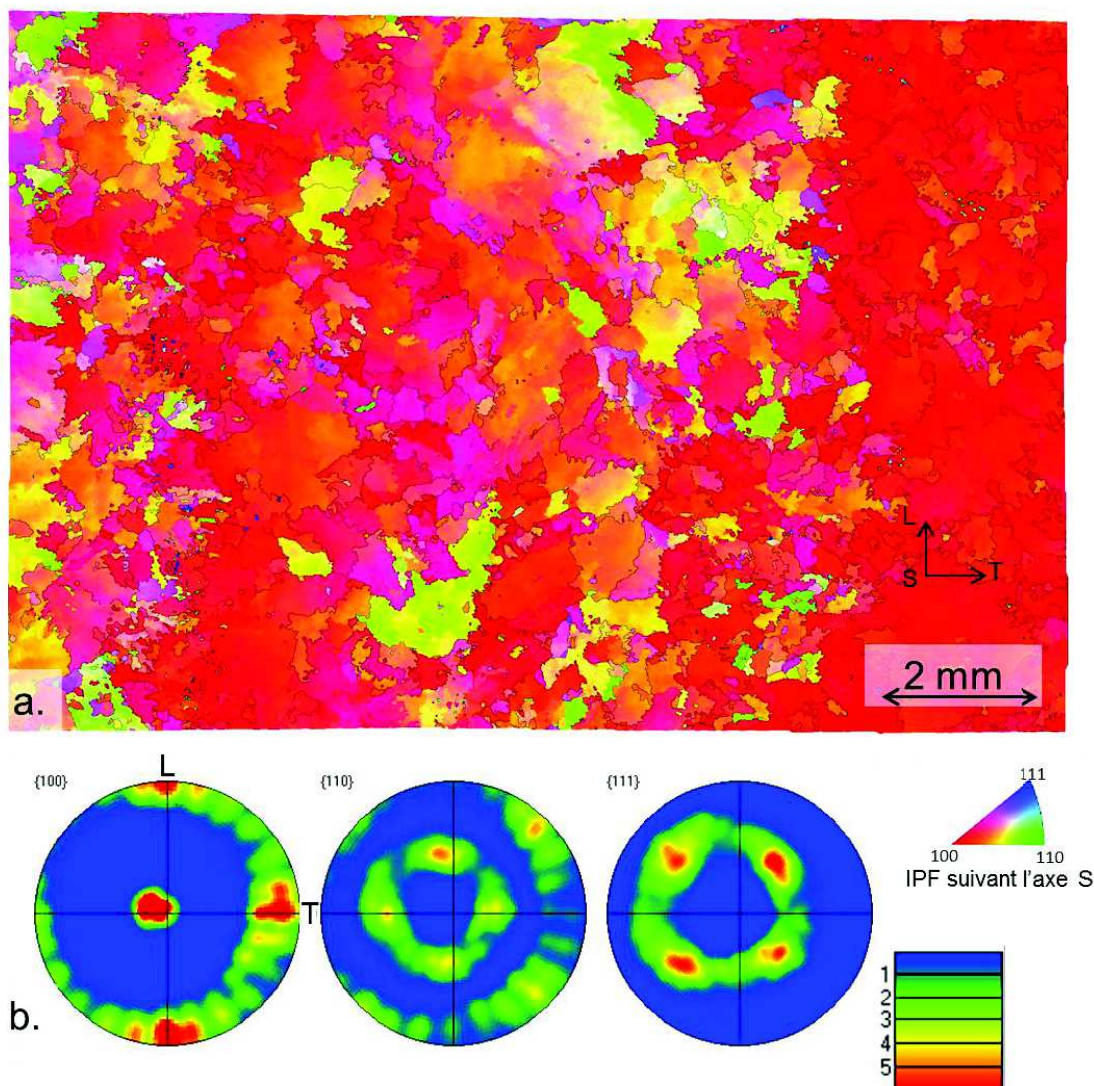


Figure III-33 : Analyse EBSD de l'éprouvette EP1719 prélevée dans le plan TL du moule A' (traité thermiquement) en (a.) et les figures de pôles de la zone analysée en (b.)

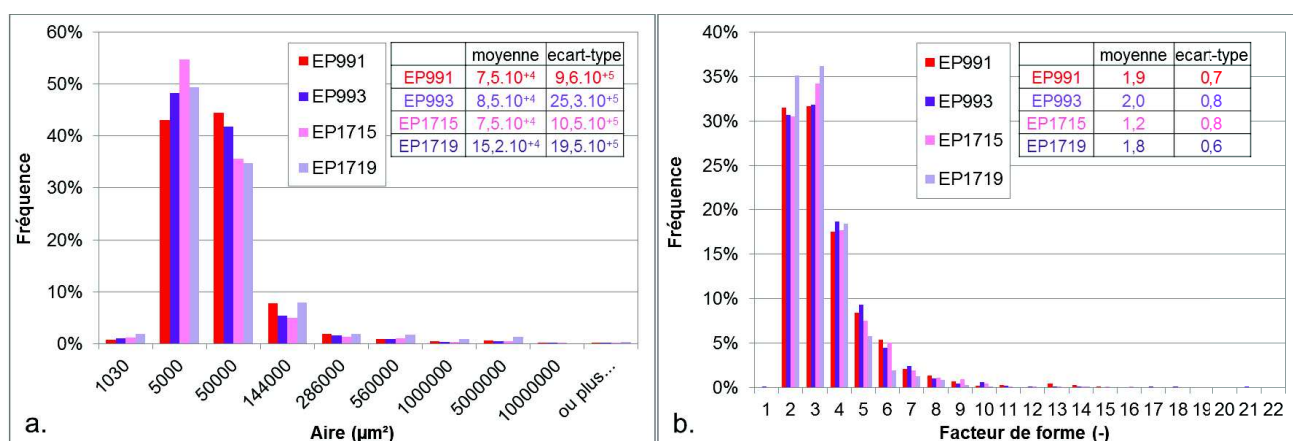


Figure III-34 : Distributions des aires des grains des éprouvettes du moule A (EP991, EP993 et EP1715) et du moule A' (EP1719) prélevées dans le plan TL en (a.) et distributions des facteurs de forme des grains issus de l'analyse EBSD, avec les tableaux respectifs des moyennes et des écarts-types de chaque distribution

### III.3.2.3 Hétérogénéité chimique au sein d'une passe de soudage : comparaison entre le pied et le milieu de passe

Les résultats des analyses par microsonde électronique de Castaing pour l'ensemble des moules et dans les zones en pied et milieu de passes de soudage sont reportés en annexe 10. En annexe 11, des analyses complémentaires ont été réalisées sur les moules A et A' par analyses SIMS pour la mise en évidence d'une éventuelle ségrégation du soufre qui sera traitée dans la suite du paragraphe. Cette annexe présente la répartition du nickel, du chrome, du fer, du soufre, des sulfures de manganèse, du manganèse, du titane de l'aluminium et du niobium.

Le chrome et le nickel sont présents préférentiellement dans les dendrites. A contrario, les éléments niobium, soufre, silicium, manganèse, aluminium et titane sont préférentiellement localisés dans les espaces interdendriques. Le manganèse y est réparti de manière homogène avec quelques concentrations pouvant correspondre aux sulfures de manganèse. Le niobium est réparti de manière homogène mais des zones enrichies y sont également observées. Les autres éléments analysés sont présents sous formes de précipités (ou d'inclusions).

En complément des résultats qualitatifs, des mesures de fractions surfaciques ont été réalisées à l'aide du logiciel Image J® suivant le protocole décrit précédemment. Le soufre, l'aluminium et le titane ont été analysés dans les moules A, A', B et B' par microsonde de Castaing (Tableau III-5) tandis que l'aluminium, le titane, le soufre et des sulfures de manganèse ont été analysés dans les moules A et A' par SIMS (Tableau III-6).

	Localisation	Soufre	Aluminium	Titane
Moule A	pied gros grains	6,25	1,54	17,71
	milieu	1,8	5,61	10,56
	pied petits grains	4,18	5,14	18,17
Moule A'	milieu	3,68	6,15	9,96
	pied	4,64	3,03	16,73
Moule B	milieu	-	0,14	0,38
	pied	-	0,17	0,41
Moule B'	milieu	0,17	0,82	0,55
	pied	0,12	0,94	0,74

Tableau III-5 Fractions surfaciques (en%) de composés enrichis en soufre, en aluminium et en titane mesurées sur chaque zone analysée par microsonde (Analyse effectuée à l'aide d'image J® sur des surfaces de 100 x 100  $\mu\text{m}^2$  situées en pied et en milieu de passe de soudage avec un pas de 0,5  $\mu\text{m}$ )

	Localisation	Soufre	Sulfures de Manganèse	Aluminium	Titane
Moule A BS	pied gros grains	3,79	2,88	26,31	33,76
	milieu	2,02	1,65	6,89	12,86
	pied petits grains	5,97	4,61	21,21	21,16
Moule A' TT	milieu	2,71	1,91	13,51	18,85
	pied	6,16	3,7	31,27	45,72

Tableau III-6 : Fractions surfaciques (en %) de composés enrichis en soufre, en l'aluminium, et en titane mesurées sur chaque zone analysée par SIMS des moules A et A' sur des surfaces de 150 x 150  $\mu\text{m}^2$  situées en pied et en milieu de passe de soudage avec un pas de 0,5  $\mu\text{m}$

Ces tableaux permettent de comparer les fractions surfaciques entre les pieds et les milieux de passe de soudage. Rappelons que ces fractions surfaciques sont comparables entre elles pour une même technique de mesure du fait du protocole utilisé (étude relative) mais qu'elles ne permettent pas de mesurer quantitativement la composition chimique locale ou globale.

La comparaison des fractions surfaciques met en évidence une précipitation d'impuretés plus importante, de manière générale, pour les moules A et A' par rapport aux moules B et B'. La comparaison des résultats entre les pieds et les milieux de passes semble mettre en évidence une augmentation de la fraction surfacique des impuretés (aluminium, titane, soufre, et sulfures de manganèse), dans les pieds de passe de soudage plus marqué dans le cas des moules A et A' comme le montre les analyses SIMS (Tableau III-6) que dans les moules B et B' avec les analyses par microsonde de Castaing. Ces résultats montrent que la précipitation d'impuretés dans les espaces interdendritiques en pieds de passes de soudage est plus importante que dans les milieux de passes de soudage. Ceci signifie donc que, statistiquement, les joints de grains en pieds de passes peuvent contenir plus d'impuretés et, rendre l'alliage plus sensible à l'amorçage de fissures de CSC en diminuant l'énergie de cohésion des joints de grains dans ces zones. Par ailleurs, cette sensibilité peut augmenter avec la quantité d'impuretés en pieds de passes ceci expliquerait alors la sensibilité plus élevée des joints de grains du moule A à l'amorçage de fissures de CSC par rapport au moule B qui précipite moins d'impuretés en pieds de passes.

Par ailleurs, deux types de microstructures de pieds de passes ont été observés pour le moule A, à savoir :

- Une zone de gros grains présentant des orientations cristallines semblables à la texture macroscopique (directions  $\langle 100 \rangle$  parallèle à l'axe S) et
- Une zone de clusters de petits grains (aire  $< 50\,000\ \mu\text{m}^2$ ) présentant des orientations cristallines plus aléatoires (majoritairement avec les directions  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  parallèles à l'axe S).

Les résultats montrent les mêmes tendances en termes de précipitation quelle que soit la microstructure. On peut donc conclure, pour le moule A, que la précipitation est plus élevée dans le pied des passes de soudage quelle que soit la morphologie des grains et leurs orientations cristallographiques.

#### ***III.3.2.4 Hypothèse concernant une possible ségrégation de soufre aux joints de grains pour les éprouvettes issues des moules A et A'***

Des analyses par SIMS ont été réalisées pour confirmer ou infirmer l'hypothèse d'une ségrégation de soufre aux joints de grains sur les moules A et A'. Ces analyses n'ont pas été réalisées sur les moules B et B' pour deux raisons : ils sont peu sensibles à la CSC et leur teneur en soufre est inférieure à 0,001% massique.

Les analyses SIMS ont donc été réalisées sur les zones situées en pied et en milieu de passes des moules A et A' afin de vérifier l'hypothèse d'une ségrégation de soufre au niveau des joints de grains. Une méthode d'analyse spécifique a été utilisée dans le SIMS afin d'augmenter le rapport signal sur bruit. Vingt passages successifs sur chaque zone ont été réalisés à une vitesse d'abrasion plus lente que celle utilisée pour les autres analyses, soit 80 secondes pour un passage. Les conditions de faisceau qui ont été utilisées pour ce type d'analyse sont une tension d'accélération de 150 eV et un courant ionique de 20-25 pA pour des cartographies de  $150\ \mu\text{m} \times 150\ \mu\text{m}$ .

Les Figure III-35 et Figure III-36 présentent les résultats obtenus pour les moules A et A' sur une zone analysée en milieu de passe de soudage, deux zones en pied de passe avec un cluster de petits grains pour le moule A, une zone en milieu de passe et une zone de cluster à petits grains en pied de passe pour le moule A'. Ces analyses n'ont pas permis de mettre en évidence de ségrégation significative de soufre au niveau des joints de grains.



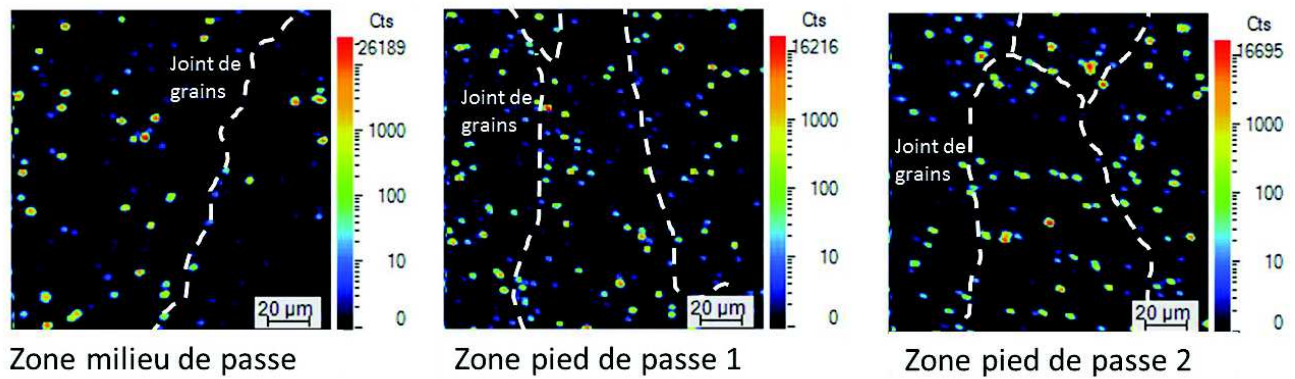


Figure III-35 : Analyses SIMS du soufre en mode cartographie après l'augmentation du rapport signal/bruit. Cartographies correspondant à la superposition de 20 analyses de 80 sec/passage sur le moule A (brut de soudage) avec la localisation des joints de grains en pointillés blancs

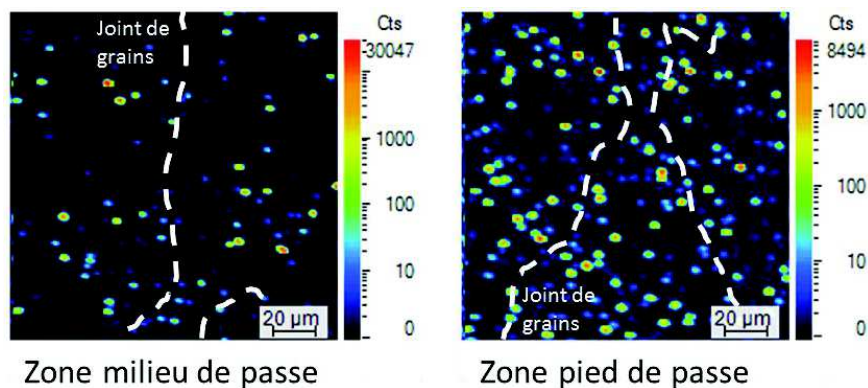


Figure III-36: Analyses SIMS du soufre en mode cartographie après l'augmentation du rapport signal/bruit. Cartographies correspondant à la superposition de 20 analyses de 80 sec/passage sur les zones du moule A' avec la localisation des joints de grains en pointillés blancs

#### ❖ Bilan des analyses chimiques

Les analyses chimiques ont mis en évidence :

- une précipitation plus élevée dans les moules A et A' par rapport aux moules B et B',
- peu d'effet du traitement thermique (7h à 600°C) sur la précipitation intragranulaire du moule A', à l'exception du soufre, et pas d'effet sur la précipitation intergranulaire de carbures de niobium,
- un effet du traitement thermique (7h à 600°C) dans le moule B' qui se traduit par une légère augmentation de la quantité de précipités riches en aluminium et en titane, une légère précipitation de soufre (non observée dans le moule B) ainsi que la formation de précipités intergranulaires de carbures de chrome de type  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ ,
- sur les moules A et A', les analyses n'ont pas permis de mettre en évidence de ségrégations de soufre aux joints de grains observables dans les zones analysées,
- une différence significative de précipitation entre le milieu et le pied de passes de soudage dans les moules A et A', avec une augmentation de la quantité d'aluminium, de titane et de soufre ou de sulfures de manganèse dans les pieds des passes de soudage,
- une différence de précipitation moins marquée entre le pied et le milieu de passe de soudage pour les moules B et B' avec une légère augmentation de la précipitation en pieds de passes de soudage.



Bien qu'il n'ait pas été mis en évidence de ségrégation aux joints de grains pour les conditions testées, il peut être conclu que les pieds de passes contiennent plus d'impuretés que les cœurs de passes de soudage. Par conséquent, il ne peut être exclu que les joints de grains en pieds de passes de soudage soient aussi plus riches en impuretés. La chimie du joint modifie son énergie de cohésion, et donc, sa résistance à la rupture. Des analyses complémentaires par d'autres techniques telles que le nano-SIMS ou le MET seraient donc nécessaires pour confirmer ou infirmer cette hypothèse.

### III.4 Synthèse

Les éprouvettes U-bend prélevées dans les moules A, B et B' ont été testées en milieu de vapeur d'eau à 400°C, 200 bar et 0,7 bar de pression partielle d'hydrogène. Les essais ont été interrompus à 500h, 1500h, 2500h et 3500h. Des observations de la surface des éprouvettes U-bend au niveau de l'apex ont été réalisées au MEB après chaque interruption et sur chaque éprouvette. Elles ont mis en évidence une augmentation du nombre d'amorces de fissures et/ou la prolongation des fissures existantes avec la durée d'essai. Ces observations ont également montré que les temps à l'amorçage sont plus faibles pour les éprouvettes U-bend équipées de microgrilles. La présence de ces microgrilles est nécessaire pour la caractérisation des champs cinématiques à la surface des éprouvettes U-bend. Si l'on compare uniquement les éprouvettes U-bend équipées de microgrilles, un effet de moule et de traitement thermique peut être observé avec une sensibilité plus faible du moule B (0,025% de carbone, 19% de chrome et <0,001% de soufre) par rapport au moule A (0,014% de carbone, 18% de chrome et 0,017% de soufre). De plus, les résultats montrent que le traitement thermique permet d'augmenter le temps à l'amorçage et donc de diminuer la sensibilité à la CSC. Pour les éprouvettes recouvertes de microgrilles, le temps à l'amorçage des moules A et B, bruts de soudage, est compris entre 500h et 1500h et celui du moule B', détensionné, est compris entre 1500h et 2500h. L'analyse des éprouvettes sans microgrilles montre un effet de moule : le moule A amorce des fissures de CSC entre 500h et 1500h alors que les moules B et B' n'ont pas fissuré pour les mêmes temps d'essais. L'effet bénéfique du traitement thermique n'a alors pas pu être mis en évidence dans le cas des éprouvettes sans microgrilles.

Afin de comprendre l'effet de la présence des microgrilles (ou du protocole de préparation) sur le mécanisme de CSC, des coupes métallographiques ont été réalisées sur des éprouvettes issues du moule B (avec et sans microgrilles) et sur une éprouvette du moule B' équipée de microgrilles. Il semblerait que la présence de ces dernières accélère la cinétique de CSC. En effet, les observations des coupes métallographiques présentent des profondeurs de pénétration plus élevées d'un facteur 4 pour les éprouvettes équipées de microgrilles. Ces pénétrations sont un premier stade de la formation des amorces de fissures de CSC. Les analyses EDX au MET ont également montré la présence de nickel pur et d'oxyde de chrome au centre de ces pénétrations. L'analyse des cristallites de la couche externe a montré qu'elles étaient composées de nickel pur aussi bien pour les éprouvettes équipées de microgrilles que pour celles non équipées. Ce résultat signifie que, dans les deux cas, la couche d'oxyde est de même nature. La présence de ce nickel pur a été peu observée dans la littérature. Les travaux de Bertali *et al.* [Bertali2015] montrent l'observation de zones « dé-alliées » sur des coupons en A600 exposés en milieu de vapeur d'eau hydrogénée à 480 °C avec une faible pression d'oxygène à  $9,73 \times 10^{-26}$  atmosphère (24 fois plus faible que la pression de dissociation Ni/NiO à 480°C). Ces zones « dé-alliées » conduisent à la formation de grains de nickel pur dans les joints de grains au niveau des pointes de fissures. Cependant, l'auteur ne propose pas de mécanisme pour expliquer la formation de ces zones. Des investigations plus approfondies seraient donc nécessaires.

De manière générale, les amorces de fissures de CSC sont intergranulaires et très majoritairement perpendiculaires à l'axe de sollicitation (pour 95% d'entre elles). La corrélation des localisations des amorces de fissures avec les analyses EBSD confirme que 100% des

amorces de fissures sont intergranulaires et montre que 95,5% d'entre elles se situent sur des joints de grains généraux (joints de grains dont la désorientation angulaire est supérieure ou égale à  $15^\circ$ ). Un effet du trajet de chargement a été mis en évidence avec une accélération de la sensibilité de l'amorçage pour un trajet de chargement complexe, alternant une sollicitation de compression et de traction à l'apex. L'effet de l'état de surface des éprouvettes (poli, grenaillé) est faible, hormis celui accélérateur associé à la présence de microgrilles. Il a également été confirmé que les plans de prélèvement TL sont plus sensibles à l'amorçage de fissures que les plans de prélèvement TS.

Enfin, un effet de moule est mis en évidence indépendamment de l'effet des microgrilles. Cet effet est attribué à la fois à la composition chimique du métal d'apport mais également au procédé de soudage utilisé car les paramètres de soudage ont une conséquence directe sur la microstructure résultante. La sensibilité à l'amorçage de fissures de CSC du moule B est ainsi plus faible que celle du moule A.

Du point de vue des spécificités des joints de grains fissurés, il a été mis en évidence pour les deux moules qu'au moins un des deux grains du couple de grains adjacents au joint de grains fissuré présente une surface inférieure à  $50\,000\ \mu\text{m}^2$  et que la majorité des fissures se situent dans des zones de clusters.

Des analyses de la répartition des espèces chimiques ont été réalisées pour expliquer la plus grande sensibilité à l'amorçage des fissures des éprouvettes du moule A/TL dans des zones de clusters. Les clusters sont des zones composées de petits grains dont les orientations cristallographiques sont différentes de celle de la texture globale. De plus, ces zones semblent se situer en pieds des passes de soudage. Les analyses chimiques ont ainsi mis en évidence une précipitation plus élevée dans les pieds de passes de soudage dans le cas du moule A quelle que soit la morphologie des grains (clusters de petits grains ou non). La tendance est similaire dans le moule B mais la précipitation moyenne est plus faible. Pour mémoire, les pieds de passes présentent une précipitation d'impuretés plus élevée de composés riches en soufre, en sulfures de manganèse, en titane et en aluminium. Les conditions d'analyses employées n'ont pas permis de mettre en évidence la ségrégation de soufre aux joints de grains. Toutefois, la précipitation d'impuretés en pieds de passes permet de poser l'hypothèse d'une quantité plus élevée d'impuretés dans les joints de grains. Ceci aurait pour conséquence de diminuer leur cohésion et de les rendre plus sensibles à l'amorçage de fissures de CSC.

L'effet du traitement thermique sur la microstructure a été observé principalement sur le moule B'. Les analyses, au MET, des joints de grains ont montré une précipitation intergranulaire de carbures de chrome de type  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ . Ces précipités sont observés uniquement dans le cas du moule B' et pourraient expliquer la plus faible sensibilité de ce moule à l'oxydation intergranulaire et donc à l'amorçage de fissures de CSC. L'effet bénéfique des carbures de chrome intergranulaires a été également observé dans la littérature [Scott2007] [Sennour2013]. A contrario, sur le moule A', le traitement thermique n'a pas permis de former des carbures de chrome ce qui peut être dû à la composition chimique de l'alliage qui contient moins de carbone et de chrome. Toutefois, le traitement thermique a eu pour effet, dans le cas du moule A', de mettre en évidence une augmentation de la précipitation de soufre ce qui pourrait jouer rôle en diminuant la tenue de cet en CSC.

Il semblerait donc que le taux et la nature de la précipitation dans l'alliage joueraient un rôle sur la sensibilité des joints de grains à la fissuration.



## Chapitre IV Etude des champs mécaniques : corrélation avec les sites d'amorçage et la microstructure

Le chapitre précédent a porté sur l'étude des relations entre la microstructure et les sites d'amorçage de fissures de CSC. Si des tendances ont pu être établies, notamment en ce qui concerne l'hétérogénéité de taille des grains jouxtant les joints fissurés ou l'hétérogénéité de répartition des éléments chimiques associée aux passes de soudage, ces tendances ne permettent pas de déterminer, à elles seules, un critère d'amorçage des fissures de CSC. En effet, la CSC est un phénomène qui nécessite la conjugaison de trois facteurs : le matériau, la sollicitation et l'environnement. Nous proposons alors d'étudier dans ce chapitre le comportement mécanique de l'Alliage 82. Une étude macroscopique du comportement mécanique est tout d'abord réalisée, elle sera suivie de la caractérisation expérimentale des champs cinématiques résultant de la mise en forme des éprouvettes U-bend. Le dernier aspect de l'étude mécanique concernera l'étude des contraintes locales exercées au niveau des joints de grains à l'aide de simulations numériques par éléments finis, ceci afin de tendre vers un critère de fissuration.

### IV.1 Etude macroscopique de la force appliquée sur les éprouvettes U-bend

Le dispositif de préparation des éprouvettes U-bend comprend l'ajout d'un ressort dans le montage (paragraphe II.3). Ce ressort a pour fonction de maintenir l'état de contrainte pendant la durée de l'essai. Ainsi le matériau est toujours sollicité et la zone de relaxation apparaissant autour de la fissure est réduite. Lors de l'étape de mise en forme, les matrices utilisées imposent, pour une déformation maximale de 12%, une distance entre pattes du « U » de l'éprouvette d'environ 11 mm. Après la mise en forme, un retour élastique est constaté nécessitant alors la mise en compression du ressort pour retrouver l'espacement initial entre pattes de 11 mm  $\pm$  0,5 mm. La variation de la longueur du ressort associée à la constante de raideur permet d'estimer la force appliquée sur chaque éprouvette. La formule utilisée est la suivante :

$$F = K \cdot (l - l_0) \quad \text{Équation 5}$$

Avec la force  $F$  en Newton, la constante de raideur  $K$  égale à 23,11 N/mm dans notre cas et la longueur du ressort après mise en forme  $l$  et la longueur initiale  $l_0$  en mm.

Le Tableau IV-1 présente la force appliquée sur les éprouvettes U-bend prélevées dans le plan TL et dans le plan TS. La comparaison des valeurs met en évidence un effet du moule sur la force appliquée puisque les valeurs mesurées sur les éprouvettes U-bend du moule A sont plus faibles que ceux des moules B et B', pour un même état de déformation finale. En revanche, le traitement thermique ne semble pas avoir d'influence notable tout comme le plan de prélèvement (TS ou TL) et le type de chargement. En effet, l'éprouvette EP992 avec un trajet de chargement direct présente une force appliquée équivalente aux éprouvettes avec un trajet de chargement complexe (EP990 et EP991).



N° éprouvette	Moule	Plan de prélèvement	Force appliquée sur l'éprouvette (N)
EP990	A	TL	136
EP991	A	TL	137
EP992	A	TL	138
EP993	A	TL	87
EP1291	A	TS	143
EP921	B	TL	227
EP922	B	TL	150
EP1311	B	TS	152
EP899	B'	TL	165
EP900	B'	TL	184
EP1313	B'	TS	128

Tableau IV-1 : Valeurs de la force appliquée sur les éprouvettes U-bend

Pour vérifier s'il existe une corrélation entre la force appliquée et le comportement en CSC, la Figure IV-1 représente le nombre d'amorces de fissures en surface estimé par des observations MEB en fonction de deux paramètres : la force appliquée aux éprouvettes U-bend et le pourcentage de joints de grains généraux perpendiculaires à la direction de sollicitation. Ce graphique confirme bien le fait que les éprouvettes prélevées dans le plan TL sont les plus sensibles à l'amorçage de fissures de CSC, comme cela a été étudié dans le Chapitre III. Ce résultat ne peut être expliqué par les pourcentages de joints de grains perpendiculaires à la direction de sollicitation puisqu'ils sont plus élevés pour les éprouvettes prélevées dans les plans TS. De plus, la corrélation de l'état de chargement des éprouvettes U-bend avec le nombre de fissures observées en surface ne permet pas de vérifier l'augmentation du nombre de fissures avec l'augmentation du chargement lors de la comparaison entre les moules. En effet, les éprouvettes U-bend issues du moule A, plus faiblement chargées en moyenne que celles des moules B et B', ont présenté plus d'amorces de fissures de CSC. En revanche, la comparaison entre les éprouvettes U-bend d'un même moule confirme cette augmentation. Ces résultats montrent qu'il n'existe pas de corrélation entre la force appliquée sur l'éprouvette U-bend (calculée d'après la contraction des ressorts) et l'amorçage des fissures de CSC. Par conséquent, afin d'affiner l'étude de l'influence de la mécanique sur la CSC, nous allons nous intéresser à l'étude du chargement à l'échelle locale, c'est-à-dire à l'échelle de la microstructure.

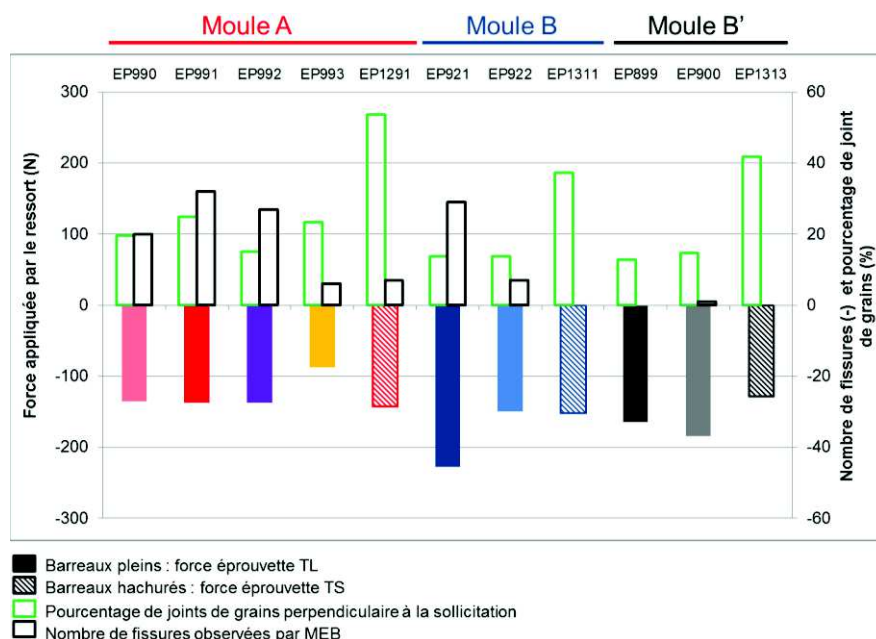


Figure IV-1 : Corrélation entre la force appliquée sur les éprouvettes U-bend et le pourcentage de joints de grains perpendiculaires à la direction de sollicitation d'une part et au nombre de fissures en surface mesuré par MEB d'autre part

## IV.2 Etudes des champs de déformation et leur corrélation avec la microstructure et l'amorçage des fissures

### IV.2.1 Mesure des champs de déformation en surface

#### ❖ Méthodologie

L'objectif de l'étude des champs de déformation mesurés en surface des éprouvettes est de chercher à les corréler aux sites d'amorçage, ceci afin de vérifier si l'état de déformation local peut être un paramètre pertinent vis-à-vis de l'identification d'un critère d'amorçage.

Les champs de déformation sont établis en surface des éprouvettes U-bend à partir du suivi par corrélation d'images numériques d'un champ de points de référence avant et après l'étape de mise en forme. Ces mesures sont réalisées à l'aide de microgrilles d'or déposées par lithographie électronique sur la surface des plaquettes avant leur mise en forme. Ces microgrilles permettent d'ajouter un contraste sur les images MEB, nécessaire pour la mesure des déplacements par corrélation d'images numériques. Le protocole de dépôt des microgrilles est présenté en annexe 12.

Sur les éprouvettes U-bend prélevées dans le plan TL, 16 microgrilles d'or ont été déposées suivant une matrice de 4 colonnes par 4 lignes (Figure IV-2 (a.)). La distance entre les centres de deux microgrilles mitoyennes est  $1520\text{ }\mu\text{m}$ . 25 microgrilles ont été déposées sur les plaquettes prélevées dans le plan TS suivant une matrice de 5 lignes par 5 colonnes (Figure IV-2 (b.)). Dans ce dernier cas, les microgrilles sont jointives, maximisant ainsi la probabilité que la déformation locale soit mesurée dans les zones présentant des amorces de fissures de CSC. La distance entre les centres des microgrilles est de  $1320\text{ }\mu\text{m}$ . Les microgrilles ont été déposées sur la zone centrale des plaquettes qui correspond à l'apex des éprouvettes U-bend, zone théoriquement la plus sollicitée.

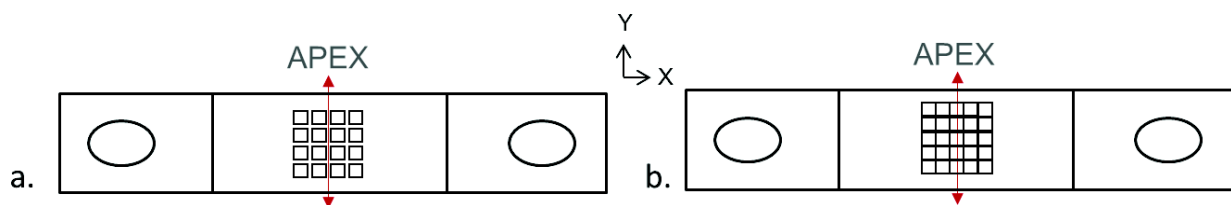


Figure IV-2 : Schéma de positionnement des microgrilles sur les plaquettes prélevées dans les plans TL (a.) et TS (b.)

La dimension d'une microgrille est d'environ  $1320 \times 1320\text{ }\mu\text{m}^2$ . Elle est composée de 121 lignes horizontales par 121 lignes verticales, espacées de  $11\text{ }\mu\text{m}$  et d'épaisseur d'environ  $1\text{ }\mu\text{m}$  (Figure IV-3).

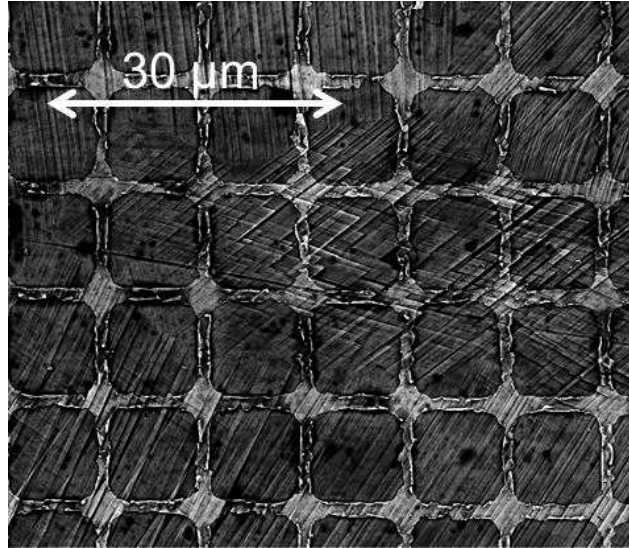


Figure IV-3 : Image MEB en mode électrons secondaires d'une partie de microgrille

Pour réaliser les corrélations d'images numériques, les microgrilles ont été imagées en haute résolution numérique (4096x3775) avec un champ d'observation de 1875 µm de large au MEB FEG (Field Emission Gun) FEI QUANTA 600. Les conditions expérimentales pour acquérir les images en haute résolution sont une tension d'accélération de 15 keV, une distance de travail de 10 mm de l'objet par rapport à la pièce polaire, un courant de sonde à 2,21 nA et une vitesse de balayage de 15 µs par point.

Les images de référence des microgrilles ont été réalisées avant mise en forme de U. Les images des éprouvettes U-bend déformées ont été réalisées après 1500h d'essai d'amorçage pour les prélèvements TL et après chaque étape de déformation (-2% et +12%) avant l'essai d'amorçage pour les prélèvements TS. Deux colonnes (8 microgrilles) ont été imagées pour les prélèvements TL et 3 colonnes (15 microgrilles) pour les prélèvements TS. Les colonnes choisies sont celles qui sont les plus proches de l'apex : zone la plus sollicitée et par conséquent la zone théoriquement la plus susceptible de présenter des amorces de fissures de CSC.

Le logiciel CMV<sup>®</sup> est utilisé pour la corrélation des images de haute résolution prises au MEB. Ce logiciel de corrélation d'images numériques permet de mesurer les champs de déplacement de la zone d'intérêt puis d'en déduire les champs de déformation [Allais1994] [Bornert1996]. Les déplacements sont mesurés à l'aide de marqueurs numériques (imassettes) centrés sur l'intersection des barreaux des microgrilles. Dans un premier temps, une trame d'imassettes jointives de 25 pixels par 25 pixels est placée sur l'image de référence (image non déformée). Les images des microgrilles après déformation sont alors confrontées aux images de référence pour mesurer le déplacement de chacune des imassettes et en déduire la déformation locale de la microgrille. Pour corréler les imassettes, un domaine de recherche pour chacune d'entre elles de 10 pixels sur 10 pixels est défini. La comparaison des niveaux de gris des imassettes de l'image de référence avec celles de l'image déformée est réalisée grâce à la minimisation d'une fonctionnelle ( $C(\phi_0)$ ) définie par :

$$C(\phi_0) = 1 - \frac{\sum_{i \in D} (f(\underline{x}) - \bar{f}_D) \cdot (g(\underline{x}) - \bar{g}_D)}{\sqrt{\sum_{i \in D} (f(\underline{x}) - \bar{f}_D)^2} \cdot \sqrt{\sum_{i \in D} (g(\underline{x}) - \bar{g}_D)^2}} \quad \text{Équation 6}$$

Avec  $f(\underline{x})$  le niveau de gris en  $\underline{x}$  dans l'image de référence et  $g(\underline{X})$  le niveau de gris en  $\underline{X}$  dans l'image déformée,  $\underline{X} = \phi(\underline{x})$  la transformation mécanique et  $\phi_0(\underline{x})$  l'approximation de  $\phi$  dans le voisinage de  $D$  le domaine de corrélation (11 µm par 11 µm soit 25 pixels par 25 pixels) de  $\underline{x}_0$ . Suite à l'acquisition des déplacements, les déformations sont alors calculées à l'aide des intégrales de contour telles que définies dans [Allais1994] sur une base de mesure

de 22  $\mu\text{m}$  dans notre cas. L'intégrale de contour ( $\langle F \rangle_\Omega$ ) dépend de la surface incluant la base de mesure et s'écrit sous la forme suivante :

$$\langle F \rangle_\Omega = \frac{1}{V_\Omega} \int_{\partial\Omega} \underline{x} \otimes \underline{n} \, ds \quad \text{Équation 7}$$

Avec  $\partial\Omega$  le contour choisi,  $V_\Omega$  la surface associée au contour considéré,  $\underline{x}$  le vecteur des coordonnées des points de la grille du contour, et  $\underline{n}$  le vecteur de la direction normale au contour.

La déformation  $\underline{\underline{\varepsilon}}$  est ensuite calculée comme étant:

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \frac{1}{2} (F^t F - I) \quad \text{Équation 8}$$

Il est toutefois nécessaire de savoir que les colonnes de microgrilles peuvent ne pas être strictement situées à l'apex. Ceci peut engendrer des erreurs de mesures, en raison de la défocalisation des images et se traduisant par des changements du facteur de grossissement apparent (mesures de déformation de compression dues au positionnement des microgrilles) [Doumalin2000]. En effet, bien que la distance de travail soit restée constante pour toutes les images, les microgrilles éloignées de l'apex présentent une défocalisation qui varie entre les deux points définissant les extrémités de la microgrille en raison de la géométrie de l'éprouvette (angle de tilt) et vis-à-vis de la distance du plan focal. Pour ces raisons, la distance entre les barreaux des microgrilles est sous-estimée et engendre, par conséquent, la mesure d'une déformation de compression. Des corrections sont donc nécessaires pour corriger à la fois l'angle de tilt et la défocalisation due à la variation de distance de travail. La démarche et les formules mathématiques utilisées pour ces corrections sont explicitées en annexe 13.

Les corrections concernent une colonne sur deux pour les éprouvettes prélevées dans le plan TL. Afin de mesurer l'angle de tilt expérimentalement entre les deux colonnes de microgrilles, il est admis qu'une des deux colonnes est située à l'apex. Pour les éprouvettes prélevées dans le plan TS, les deux colonnes de part et d'autre de la colonne centrale sont corrigées car la colonne centrale est estimée être à l'apex. Les champs de déformation concernés et présentés dans les figures suivantes et dans les annexes ont donc été corrigés.

#### ❖ Résultats

La Figure IV-4 reporte les déformations équivalentes au sens de la norme de von Mises et les déformations suivant l'axe de sollicitation T mesurées sur l'éprouvette U-bend EP921 issue du moule B prélevée dans le plan TL. Rappelons la formule de la déformation équivalente de von Mises :

$$\varepsilon_{eq} = \frac{2}{3} \sqrt{\frac{3(e_{xx}^2 + e_{yy}^2 + e_{zz}^2)}{2} + \frac{3(\gamma_{xy}^2 + \gamma_{yz}^2 + \gamma_{zx}^2)}{4}} \quad \text{si } \gamma_{xy} = 2\varepsilon_{xy} \quad \text{Équation 9}$$

Les résultats des autres éprouvettes fissurées se trouvent en annexe 14. Les champs de déformation mesurés en surface ont mis en évidence une répartition hétérogène à la fois à l'échelle macroscopique, soit entre la moyenne de deux champs de déformation, mais aussi à l'échelle locale, définie comme la déformation mesurée sur une base de mesure de 22  $\mu\text{m}$ . Les déformations maximales mesurées localement peuvent atteindre 40% en traction suivant la direction de sollicitation. L'hétérogénéité des déformations locales est confirmée par les Figure IV-5 et Figure IV-6 qui représentent respectivement, dans le cas de l'EP921, les distributions de la déformation suivant l'axe de sollicitation et de la déformation équivalente de von Mises de chaque champ pour chaque microgrille. Les moyennes et les écarts-types pour chaque distribution sont également référencés. Les classes des histogrammes ont été choisies afin d'englober l'ensemble des valeurs des déformations locales. Les Figure IV-5 et Figure IV-6 montrent que la colonne de microgrilles de gauche présente des valeurs de déformation moyenne plus proches de la déformation théorique de l'apex que celle de droite. Ceci peut s'expliquer par le positionnement de la colonne de droite qui n'est pas strictement à l'apex mais dans une zone plus éloignée de l'apex, soit par conséquent dans une zone moins



déformée. Par ailleurs, la Figure IV-5 (b.) présente quelques zones de compression résiduelle. Il pourrait s'agir d'un artefact dû au rayon de courbure de l'éprouvette qui n'est pas corrigé dans la démarche de correction décrite en annexe 13 (la microgrille est supposée plane).

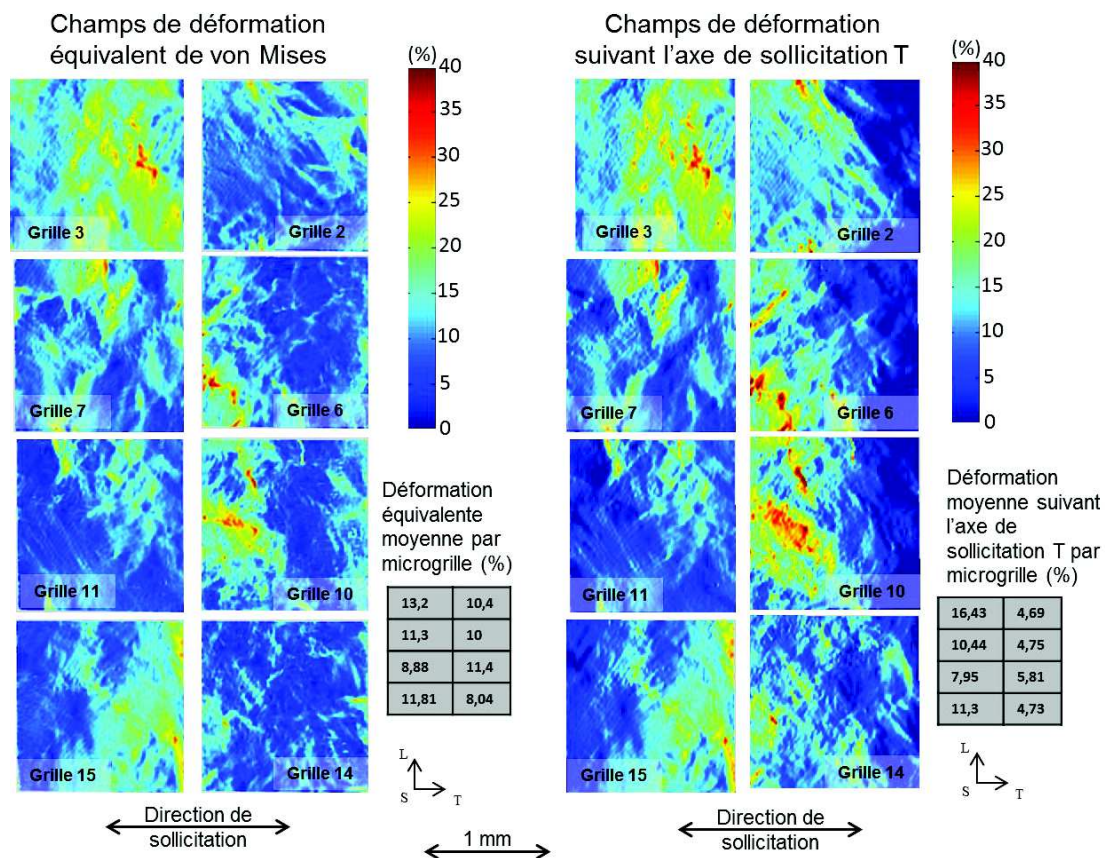


Figure IV-4 : Champs de déformation mesurés à la surface de l'éprouvette U-bend EP921 (moule B), déformations équivalentes de von Mises (à gauche), composante de déformation suivant l'axe de sollicitation T (colonne de droite avec correction de la défocalisation et du tilt). Les déformations moyennes de chaque champ sont reportées dans le tableau juxtaposé.

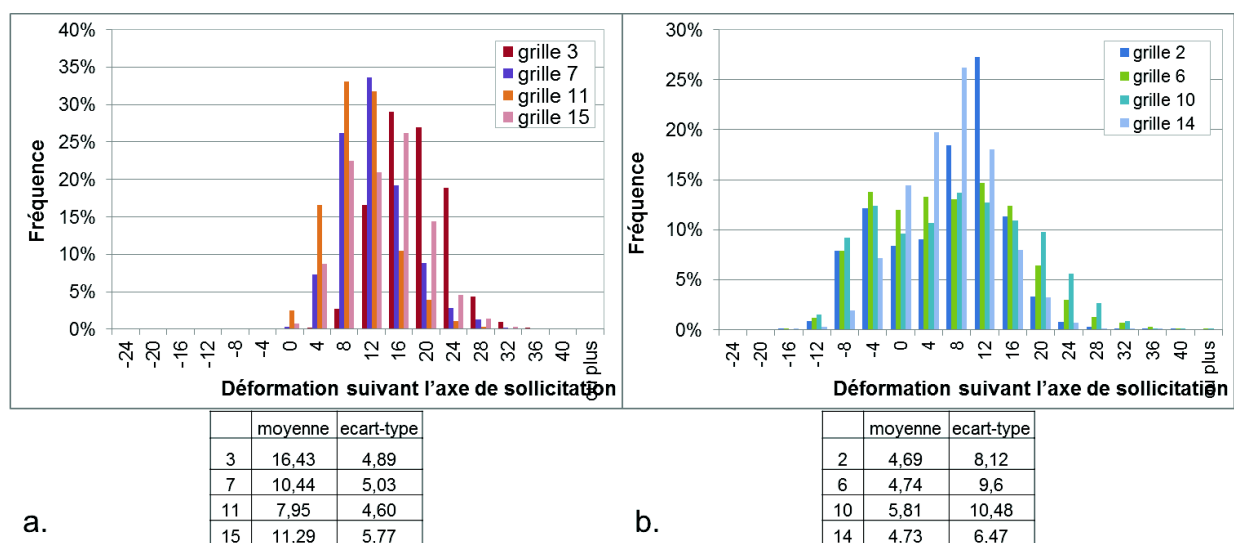


Figure IV-5 : Distributions de la déformation dans chaque grille mesurée sur l'éprouvette U-bend EP921 (moule B) : composante de déformation suivant l'axe de sollicitation des microgrilles de la colonne de gauche (a.) et des microgrilles de la colonne de droite (b.). Les moyennes et les écarts-types de chaque distribution sont reportés dans les tableaux sous-jacents.

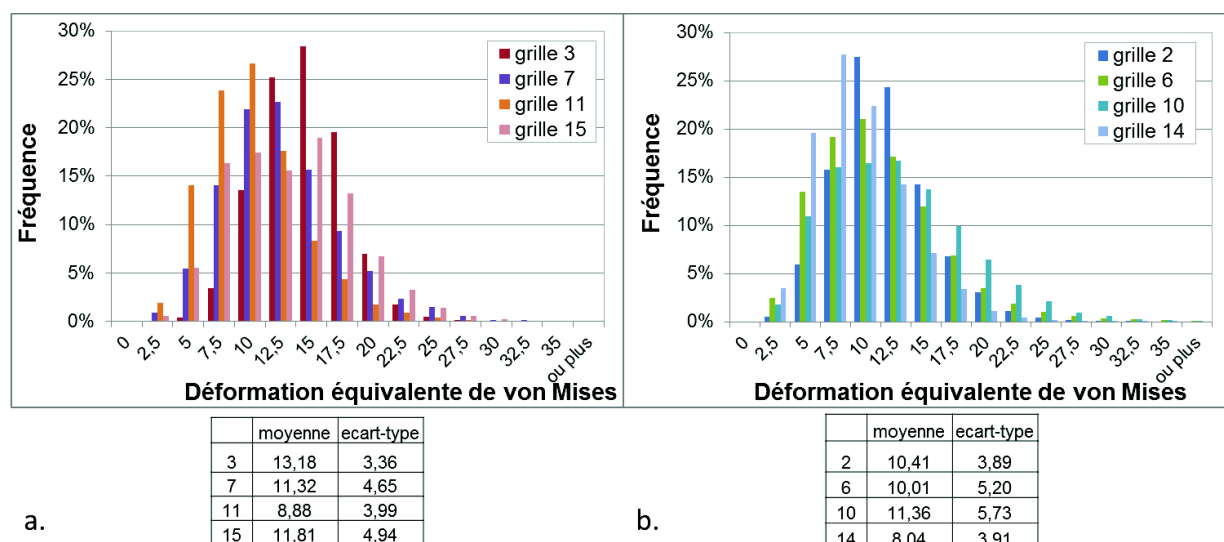


Figure IV-6 : Distribution de la déformation dans chaque grille mesurée sur l'éprouvette U-bend EP921 (moule B) : déformation équivalente de von Mises des microgrilles de la colonne de gauche (a.) et de la colonne de droite (b.). Les moyennes et les écarts-types de chaque distribution sont reportés dans les tableaux sous-jacents.

L'observation des champs de déformation révèle, dans tous les cas, des hétérogénéités de déformation que ce soit à l'échelle macroscopique ou microscopique. En outre, nous n'observons pas de différence significative entre les distributions des hétérogénéités des éprouvettes prélevées au sein de moules différents ni entre les deux types de trajet de chargement. Ce résultat semble également être indépendant du traitement thermique.

#### IV.2.2 Corrélation des champs de déformation avec la microstructure et les sites d'amorçage

La corrélation d'images numériques (avec le logiciel CMV®) des microgrilles a permis, à l'échelle de la microstructure, de mettre en évidence une hétérogénéité du champ de déformation du matériau en surface (Figure IV-7). Les valeurs locales atteintes sont principalement comprises entre 0% et plus de 30% avec quelques valeurs atteignant plus de 40% de déformation.

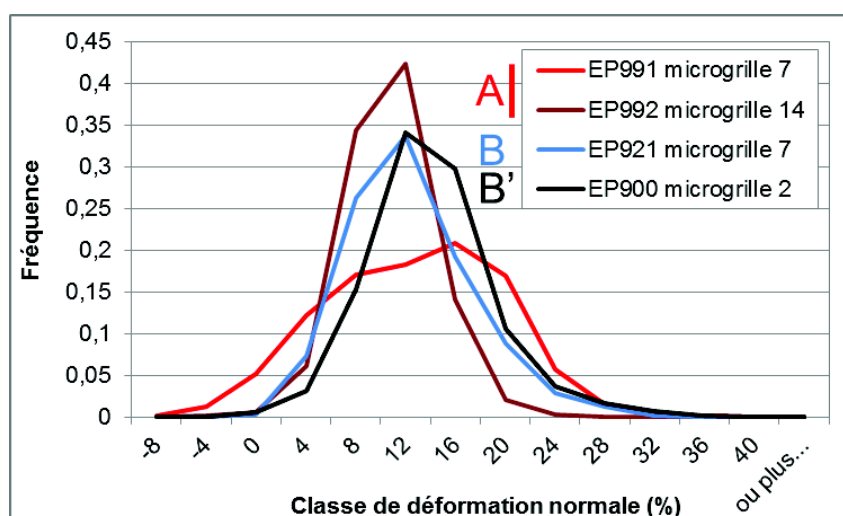


Figure IV-7 : Distributions des composantes de déformation suivant la direction de sollicitation de la grille 7 (deuxième microgrille sur la colonne de gauche) de l'éprouvette EP991, de la microgrille 14 (4<sup>ème</sup> microgrille de la colonne de droite) de l'éprouvette EP992, toutes deux issues du moule A, de la grille 7 de l'éprouvette EP921 issue du moule B, et de la microgrille 2 (première microgrille sur la colonne de gauche) de l'éprouvette EP900 du moule B'

Pour déterminer si l'état local de déformation des éprouvettes joue un rôle dans l'amorçage des fissures de CSC, ces champs sont superposés aux sites d'amorçage des fissures. Afin de réaliser cette analyse, les microgrilles ont été repérées sur les éprouvettes U-bend et superposées aux cartographies EBSD après correction des distorsions d'images liées aux moyens d'analyse (correction d'angle de tilt, défaut de parallélisme, etc...). Seules ont été analysées les 8 éprouvettes pour lesquelles des amorces de fissures ont été observées, à savoir : EP990, EP991, EP992 et EP993 du moule A/TL, EP1291 du moule A/TS, EP921 et EP922 du moule B/TL et EP900 du moule B'/TL.

Dans un premier temps, l'évolution des champs de déformation a été étudiée entre les étapes n-1 et n, à savoir après 1500h, 2500h et 3500h d'essai d'amorçage. Ces analyses ont pour but de vérifier si, à 400°C, température de l'essai, une évolution des champs de déformation était observable. La Figure IV-8 présente l'évolution de la déformation suivant la direction de sollicitation pour le champ numéro 19 de l'éprouvette EP1313 du moule B' (plan TS). La déformation de la microgrille après la mise en forme à froid (Figure IV-8 (b.)) est comparée aux différentes mesures réalisées à chaque arrêt de l'essai d'amorçage (1500h, 2500h et 3500h). Si une certaine évolution du champ est observable dans une fourchette comprise entre 0 et 3%, ces valeurs sont négligeables vis-à-vis de l'effet de la mise en forme (déformation de plus de 30% localement). De plus, le schéma associé à l'évolution du champ semble être aléatoire et n'est pas corrélé à la microstructure, contrairement aux effets de mise en forme.

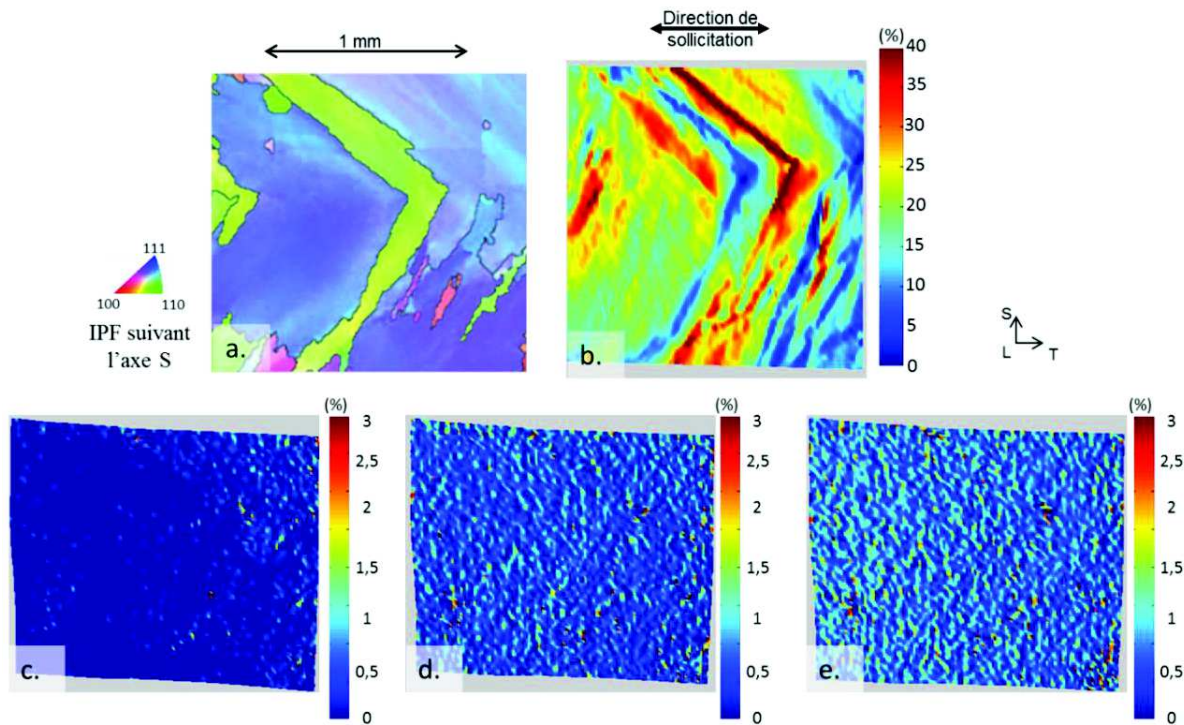


Figure IV-8 : (a.) Zone d'intérêt de la microstructure correspondant à la microgrille numéro 19 de l'éprouvette U-bend EP1313 du moule B' indexée suivant la nomenclature des figures de pôles inverses associée à la direction S, (b.) composante du champ de déformation suivant la direction de sollicitation T après la mise en forme à froid, (c.) évolution du champ de déformation après 1500h d'essai, (d.) variation du champ de déformation entre 1500h et 2500h d'essai, (e.) variation du champ de déformation entre 2500h et 3500h d'essai

Les Figure IV-9 et Figure IV-10 présentent la corrélation des champs de déformation avec la localisation des amorces de fissures et la microstructure (analyses EBSD) des éprouvettes :

- EP991 du moule A, plan de prélèvement TL,
- EP1291 du moule A, plan de prélèvement TS,
- EP921 du moule B, plan de prélèvement TL,



- EP900 du moule B', plan de prélèvement TL.

La superposition des champs de déformation avec les amorces de fissures des éprouvettes EP990, EP992, EP993, EP922 est présentée en annexe 15. Les champs de déformation sont ceux présentant la composante colinéaire à la direction de sollicitation, composante la plus significative vis-à-vis de la sollicitation des joints de grains, en particulier ceux qui sont perpendiculaires au sens de sollicitation (mode I d'ouverture du joint de grains). Rappelons que ces champs sont mesurés pour les éprouvettes prélevées suivant le plan TL après essai d'amorçage de 1500h et pour les éprouvettes prélevées suivant le plan TS directement après déformation (avant essai d'amorçage). Il est alors à noter que la majorité des fissures sont présentes dans les prélèvements TL et que dans certains cas l'ouverture des fissures a majoré la déformation locale.

Les corrélations des champs de déformation avec les amorces de fissures et la microstructure mettent en évidence que 63% des amorces sont localisées dans des zones plus déformées que la valeur moyenne théorique de 12%. Par conséquent, 37% des amorces sont localisées dans des zones plus faiblement déformées que la valeur moyenne théorique. Bien que les fissures ne se situent donc pas uniquement dans des zones de forte déformation, une tendance peut tout de même être observée, montrant alors les zones fortement déformées plus sensibles à l'amorçage de fissures de CSC.

Parmi les éprouvettes U-bend fissurées issues du moule A, l'éprouvette EP1291 présente une colonne de microgrilles positionnée sur l'apex (colonne centrale) signifiant que ces champs de déformation correspondent à la zone la plus sollicitée mécaniquement après la mise en forme (Figure IV-9). Or les fissures se sont amorcées en dehors de la zone identifiée à l'apex, statistiquement plus favorable à l'apparition de fissures de CSC, ceci ne nous permet donc pas de déterminer les valeurs de déformation associées aux grains jouxtant les fissures. De plus, notons que la zone proche de l'apex de l'EP1291, observée avec les champs de déformation de la Figure IV-9, est non seulement fortement déformée localement mais présente des zones de clusters correspondant aux pieds de passes, ce qui semblait être un critère favorable suite à la corrélation de la fissuration avec la microstructure dans le chapitre précédent.

Par ailleurs, l'étude de la localisation de la déformation vis-à-vis de la microstructure met également en évidence que :

- des valeurs élevées de déformation sont mesurées dans des zones présentant des gros grains et dont les orientations cristallographiques sont proches, comme le montre le premier champ de la colonne de droite de l'EP991 de la Figure IV-9,
- certaines zones avec des clusters ne présentent pas d'hétérogénéités marquées de la déformation, comme le montre le troisième champ de la colonne de gauche de l'EP921 de la Figure IV-10.

De ces analyses, il en ressort qu'un critère en déformation ne peut être clairement établi, même si nous avons pu constater que près de 2/3 des joints fissurés présentaient des valeurs de déformation plus élevées que la moyenne macroscopique.

Wehbi [Wehbi2014] a également constaté, pour l'Alliage 182, qu'une forte valeur de déformation ne suffisait pas pour expliquer la sensibilité des joints de grains généraux à l'amorçage des fissures de CSC. Il a proposé un critère basé sur la différence entre taux de déformation des grains adjacents aux joints de grains généraux. Cette hétérogénéité de déformation locale entraînerait une augmentation de la vitesse d'oxydation intergranulaire, se traduisant par des profondeurs de pénétration d'oxyde plus importantes.

La différence entre les valeurs de déformation a donc été mesurée autour de quelques joints de grains généraux fissurés et non fissurés choisis arbitrairement sur l'éprouvette U-bend EP921 issue du moule B et prélevée dans le plan TL. Cette différence de valeurs de déformation est obtenue, dans le cas présent, avec la mesure de la déformation suivant la direction de sollicitation moyenne établie sur une aire de  $30 \times 40 \mu\text{m}^2$  de chaque grain à environ



10  $\mu\text{m}$  du joint de grain. La comparaison de ces différences représentée dans la Figure IV-11, n'a pas permis de mettre en évidence un seuil séparant les deux cas de figure.

Ces observations permettent de conclure que l'état de déformation ne semble pas être un critère suffisant pour prévoir la localisation de l'amorçage de fissures par CSC sur les alliages étudiés dans ces conditions d'essai.

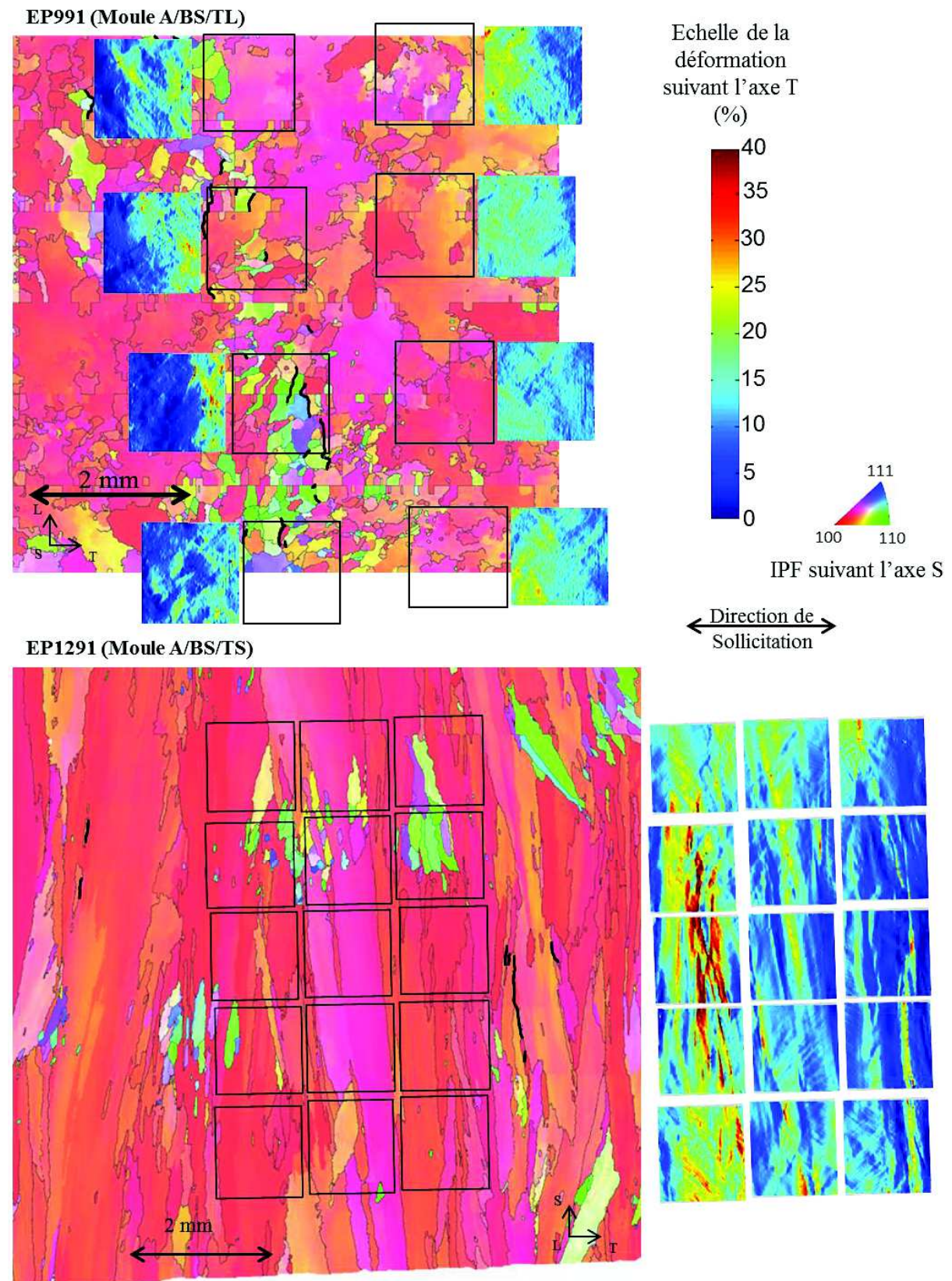


Figure IV-9 : Epruvettes EP991 et EP1291 du moule A, brut de soudage, prélevées, respectivement, dans les plans TL et TS. Recherche de corrélations entre les champs de déformation, les amorfes de fissures (représentés en trait noirs) et la microstructure



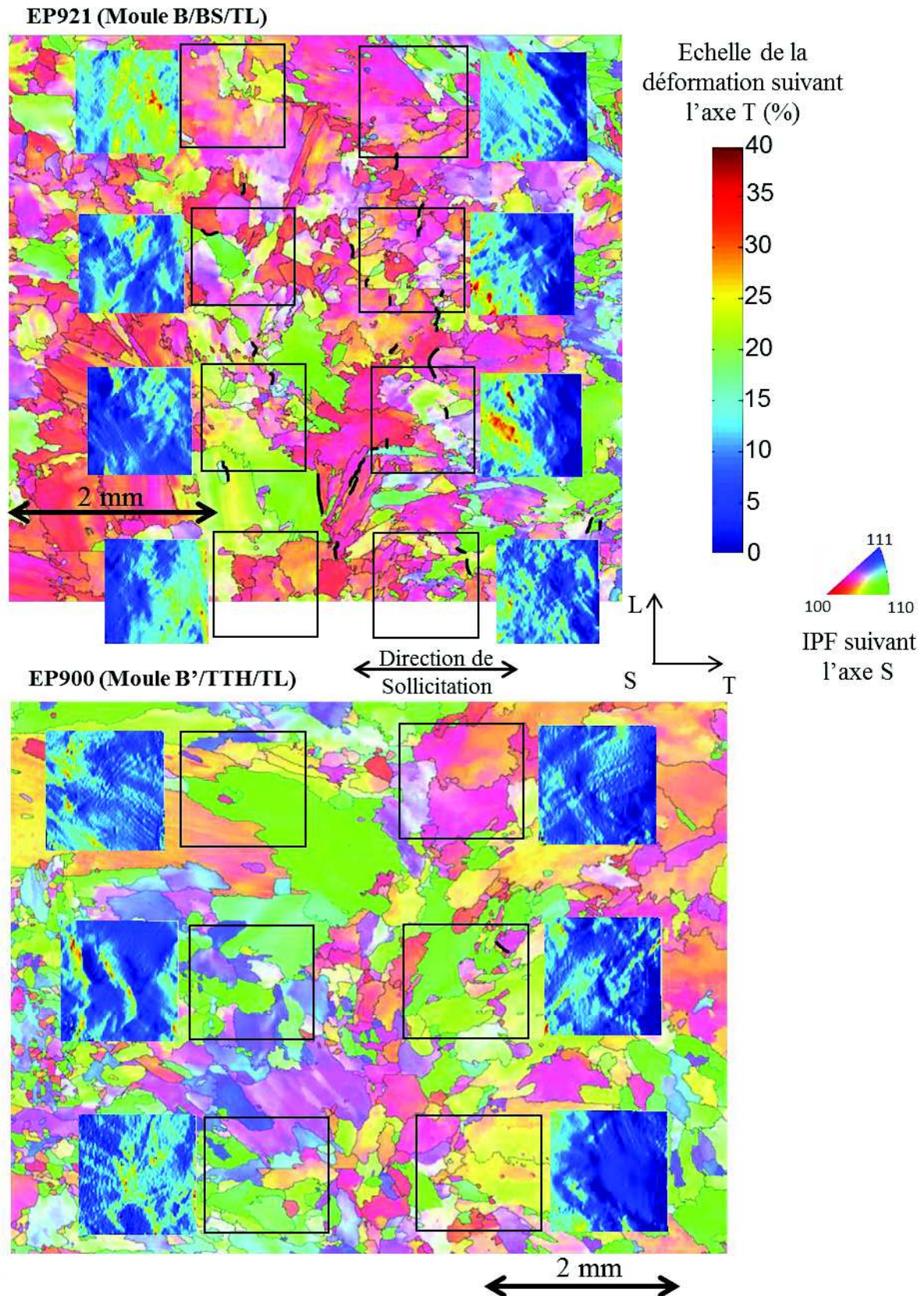


Figure IV-10 : Epruvettes EP921 et EP900 prélevées dans le plan TL, respectivement, du moule B et du moule B'. Recherche de corrélations entre les champs de déformation, les amorces de fissures (représentés en trait noirs), et la microstructure



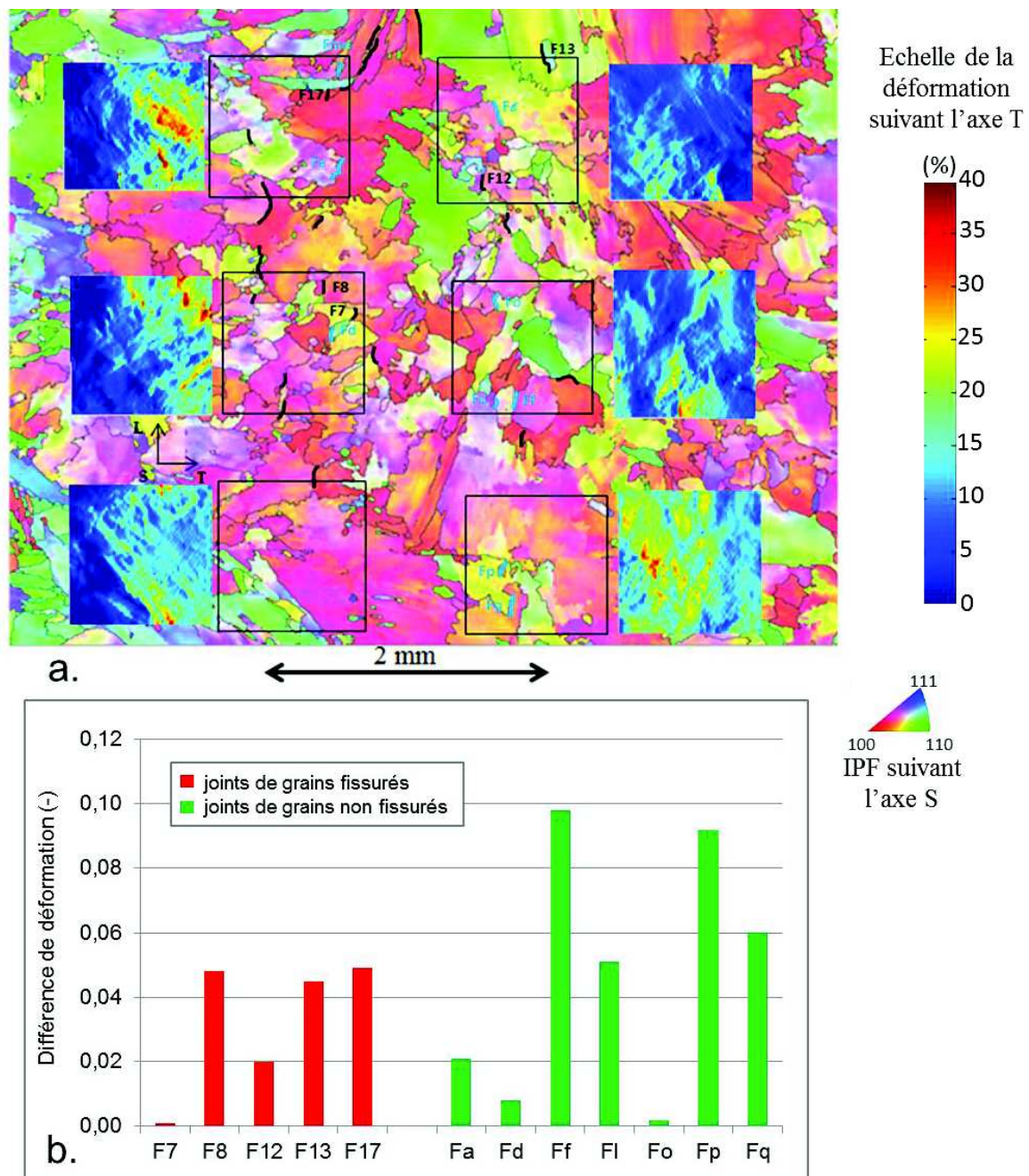


Figure IV-11 : Joints de grains fissurés (en noir) et non fissurés (en bleu) choisis pour l'étude (a.) et différence des déformations moyennes mesurées localement et suivant la direction de sollicitation (T) au niveau des joints de grains sur une base de  $40 \times 30 \mu\text{m}^2$  de part et d'autre du joint de grains (b)

#### ❖ Bilan

L'étude des champs de déformation a permis de mettre en évidence une hétérogénéité importante avec des valeurs principalement comprises entre 0 et 30%, alors que le procédé de mise en forme prévoit une valeur moyenne de 12%. Ces hétérogénéités ont été établies sur une base de mesure de  $22 \mu\text{m}$  ce qui est nettement inférieur à la taille de grains des microstructures pouvant atteindre plusieurs millimètres (cf Chapitre II).

Toutefois, la corrélation spatiale de ces champs de déformation avec la microstructure montre qu'il n'existe pas de relation évidente entre ces derniers. En effet, il n'a pas été observé de lien



entre la taille des grains et la valeur de la déformation dans les zones correspondantes, ni entre les orientations cristallographiques et les valeurs de déformation.

La corrélation des champs de déformation avec les amorces de fissures par CSC et la microstructure a mis en évidence que la déformation locale était le critère nécessaire dans 63% des cas mais pas suffisant car 37% des cas sont des contre-exemples. On peut tout de même dire qu'une déformation locale plus élevée que la déformation moyenne théorique favorise l'amorçage de fissures par CSC dans nos conditions d'essai.

Cependant, nous avons vu que les forces appliquées par le ressort des éprouvettes U-bend diffèrent en fonction des échantillons pour atteindre une même valeur de déformation moyenne à l'apex. C'est pour cela, que nous allons, dans la suite de ce chapitre, nous intéresser aux contraintes locales au niveau des joints de grains.

### **IV.3 Etude par simulations numériques par éléments finis des contraintes au voisinage des joints de grains**

Le premier volet de l'étude mécanique a concerné l'étude du champ de déformation surfacique des éprouvettes U-bend. Sa comparaison avec les sites d'amorçage de fissures de CSC et la microstructure n'a toutefois pas permis de trouver des corrélations expliquant l'ouverture des joints de grains fissurés. En outre, différents auteurs ont mis en évidence que la localisation des contraintes au sein d'un volume donné de matière n'était pas directement corrélée à la localisation de la déformation [Barbe2009] [Wehbi2014]. L'étude des champs de contrainte au voisinage des joints de grains est donc nécessaire pour compléter l'étude du comportement mécanique de l'alliage.

A l'échelle macroscopique, les techniques du trou incrémental, de la diffraction des rayons X, des ultrasons et du bruit Barkhausen peuvent être utilisées pour mesurer expérimentalement les contraintes [Bouscaud2012]. Toutefois, il existe des méthodes plus adaptées aux mesures de contraintes à l'échelle locale (celle de la microstructure). Il s'agit de la spectrométrie micro-Raman, la diffraction des rayons X en synchrotron, la diffraction électronique en faisceau convergent, la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) et la microdiffraction Kossel [Bouscaud2012]. Ces méthodes de mesures nécessitent des conditions particulières de mise en œuvre ou de formes spécifiques d'échantillon (comme par exemple une lame mince pour la méthode par diffraction électronique en faisceau convergent) qui ne sont pas compatibles avec la géométrie d'éprouvette U-bend choisie pour les essais d'amorçage de CSC. Le choix s'est donc porté sur la réalisation de simulations numériques à l'aide de la suite Z-set® [Zebulon1999] développée par le Centre des Matériaux de Mines ParisTech et l'ONERA.

#### **IV.3.1 Démarche**

Le calcul des contraintes par simulation numérique au voisinage des joints de grains va permettre de faire une étude comparative entre différentes configurations de joints (fissurés/non fissurés). La méthodologie utilisée repose sur trois phases, la première concerne l'identification de la loi de comportement de l'Alliage 82, la deuxième consiste en la représentation de la géométrie et du maillage choisis pour l'étude, et la troisième phase concerne l'application des conditions aux limites imposées aux contours de la géométrie choisie.

L'association des champs de contrainte aux champs de déformation a pour objectif d'aller vers la formulation d'un critère de fissuration concernant la CSC. Ce travail a été réalisé sur des joints de grains fissurés et non fissurés de l'éprouvette EP921 provenant du moule B sur laquelle ont été recensées 29 fissures après 2500h d'essai d'amorçage en milieu vapeur d'eau à 400°C sous une pression partielle d'hydrogène de 0,7 bar. Le nombre de joints de grains fissurés présents dans les champs de déformation est de 12 dont ont été exclus les joints de

grains fissurés colinéaires au sens de sollicitation, ne faisant donc pas intervenir le mode I d'ouverture du joint. Parmi les joints de grains fissurés, certains mettent en jeu plusieurs couples de grains adjacents. Le nombre total de couples retenus est donc de 16. Concernant les joints de grains qui n'ont pas fissuré en surface d'après les observations réalisées par MEB, une caractérisation arbitraire de 15 joints de grains a été effectuée. Les joints de grains non fissurés ont été choisis parmi les joints de grains généraux présents dans les champs de déformation, certains peuvent être observés sur la Figure IV-11.

### IV.3.2 Identification de la loi de comportement

L'identification des paramètres d'une loi de comportement a pour objectif de reproduire la réponse mécanique d'un élément de volume du matériau soumis à une sollicitation mécanique imposée. Les données expérimentales qui ont été utilisées pour identifier cette loi proviennent d'essais mécaniques réalisés dans le cadre de cette étude ainsi que de résultats issus de la littérature [Wehbi2014].

Un essai mécanique a été réalisé sur l'Alliage 82 soudé du moule B (plus précisément du moule 1, Tableau II-1). Cet essai cyclique a été réalisé à 320°C à une vitesse de déformation  $2,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , avec des limites fixées en contrainte (+389 MPa sur 319 cycles et  $R=0$ ). La représentation des cinq premiers cycles est donnée sur la Figure IV-12, et permet de mettre en évidence l'existence d'un effet rochet, manifestation de l'écrouissage cinématique.

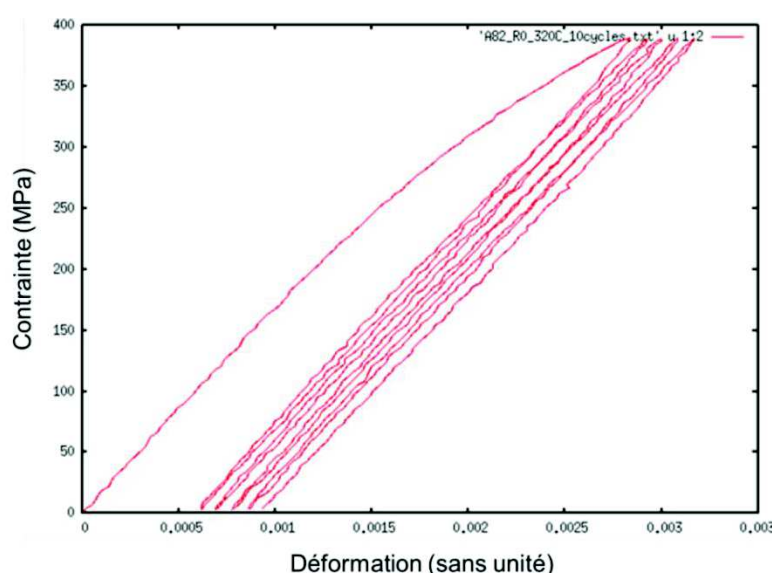


Figure IV-12: Courbe de comportement cyclique à 320°C de l'Alliage 82, moule B, sollicité suivant la direction L, pilotage en vitesse de déformation  $2,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , à  $R=0$  et  $\sigma_{\max} = 389 \text{ MPa}$ , 20 secondes par cycle

Le Tableau IV-2 présente des données complémentaires issues d'essais de traction réalisés préalablement à cette étude, et concernant le comportement mécanique de l'Alliage 82 du moule 1 (type moule B) étudié ainsi que la spécification matériau RCC-M.

Matériau	T (°C)	Limite élastique Rp 0,2(MPa)	Contrainte maximale (MPa)	Allongement (%)
moule 1 (assimilé au moule B)	20	504	698	39,28
spécifications RCC-M pour soudure A82 brut de soudage	20	> 240	550 - 800	> 30

Tableau IV-2 : Caractéristiques mécaniques issues d'essais de traction réalisés sur éprouvette cylindrique prélevée dans le moule 1 (similaire au moule B)

Wehbi [Wehbi2014] a identifié une loi de comportement pour l'Alliage 182. La microstructure et le comportement mécanique des alliages 82 et 182 sont proches. L'identification de la loi cristalline relative à notre matériau s'appuie donc sur les données expérimentales précédentes et l'étude de Wehbi [Wehbi2014] à partir d'un essai de traction réalisé à 360°C (carrés rouges de la Figure IV-13 (a.)). La loi identifiée par Wehbi est une loi cristalline élasto-viscoplastique de type Méric-Cailletaud [Méric1991] comportant un écrouissage isotrope (paramètres  $R_0$ ,  $Q$ ,  $b$  et  $h$  de la Figure IV-13 (b.)) et un écrouissage cinématique non linéaire (paramètres  $C$  et  $D$  de la Figure IV-13 (b.)). Les paramètres  $N$  et  $K$  sont relatifs à l'aspect visqueux du matériau,  $E$  et  $\nu$  sont relatifs à l'élasticité supposée isotrope.

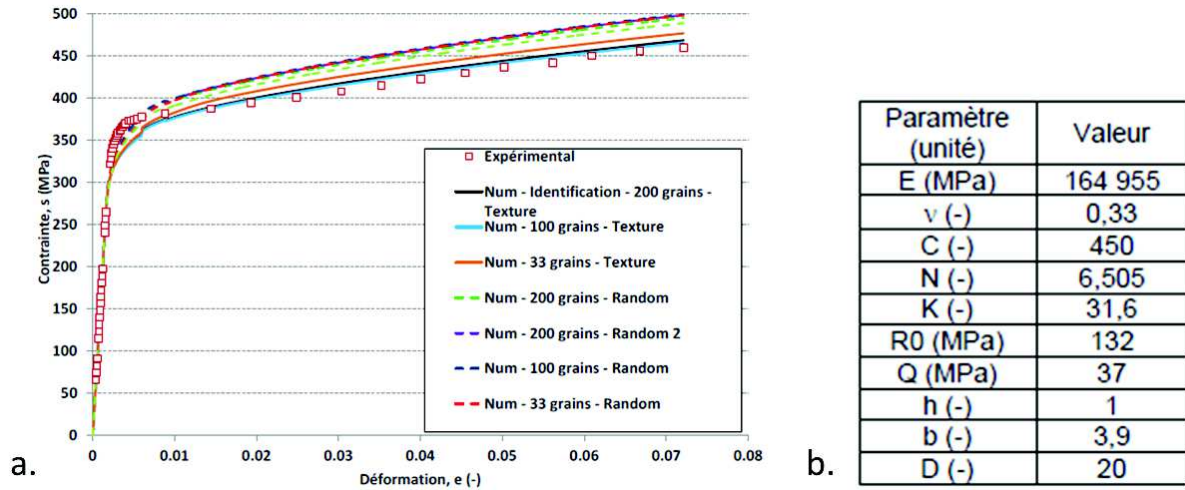


Figure IV-13 : (a.) Courbes de traction expérimentale (carrés rouges) et numériques accompagnées du tableau des paramètres de la loi cristalline identifiés par [Wehbi2014] (b.)

La description de la loi de comportement élasto-viscoplastique cristalline choisie est décrite dans [Méric1991] et synthétisée ici. Tout d'abord, le tenseur de déformation total se décompose en une partie élastique ( $\underline{\epsilon}_e$ ) et une partie viscoplastique ( $\underline{\epsilon}_{vp}$ ) :

$$\underline{\epsilon} = \underline{\epsilon}_e + \underline{\epsilon}_{vp} \quad \text{Équation 10}$$

Le tenseur de contrainte de la loi de Hooke généralisée par Cauchy est défini par :

$$\underline{\sigma} = \underline{\underline{C}} : \underline{\epsilon}_e \quad \text{Équation 11}$$

avec  $\underline{\underline{C}}$  le tenseur classique d'ordre 4 des modules d'élasticité.

Le domaine d'élasticité est délimité par la surface d'écoulement, qui est définie de la manière suivante :

$$f(\underline{\sigma}, \underline{X}, R) = \overline{(\underline{\sigma} - \underline{X})} - R \quad \text{Équation 12}$$

avec les paramètres  $R$  et  $\underline{X}$  qui sont respectivement relatifs à l'écrouissage isotrope et l'écrouissage cinématique.

Sachant que le comportement élasto-viscoplastique, suppose une sensibilité à la vitesse de déformation dans le domaine plastique, le potentiel d'écoulement  $\Omega_p(f)$  est défini de la manière suivante :

$$\Omega_p(f) = \frac{n+1}{K} \langle f/K \rangle^{n+1} \quad \text{Équation 13}$$

avec  $\langle . \rangle$ , qui indique la partie positive. La dérivée partielle du potentiel d'écoulement par rapport à la surface d'écoulement donne alors la vitesse de déformation plastique équivalente :

$$\dot{\gamma} = \langle f/K \rangle^n \quad \text{Équation 14}$$

et ainsi

$$\dot{\gamma} = \langle ((\underline{\sigma} - \underline{X}) - R)/K \rangle^n \quad \text{Équation 15}$$

Le tenseur de la déformation plastique est lié aux différents systèmes de glissement et à la dérivée du potentiel d'écoulement par :

$$\underline{\dot{\varepsilon}}_{vp} = \sum_s \dot{\gamma} \underline{m}_s \quad \text{Équation 16}$$

où

$$\underline{m}_s = (n_s \otimes l_s + l_s \otimes n_s) \quad \text{Équation 17}$$

avec  $\underline{m}_s$  le tenseur d'orientation défini par la direction des systèmes de glissement  $l_s$  et par la normale à ces plans de glissement  $n_s$ .

L'écrouissage isotrope non linéaire identifié dans la loi, pour chaque système de glissement  $s$  est de la forme suivante :

$$R^s = R_0^s + \sum_{r=1}^N h_{sr} (1 - e^{-b \varepsilon_{vp}^r}) \quad \text{Équation 18}$$

avec  $h_{sr}$ , les composantes de la matrice d'écrouissage représentant l'interaction entre les différents systèmes de glissement. L'écrouissage cinématique linéaire, pour chaque système  $s$ , est, quant à lui, de la forme :

$$\underline{X}^s = \frac{2}{3} \varepsilon_{vp} \underline{C} \quad \text{Équation 19}$$

Les paramètres associés à l'écrouissage isotrope non linéaire, qui ont été déterminés, sont  $R_0$ ,  $Q$ , les composantes de la matrice  $h_{sr}$  et  $b$ , celui associé à l'écrouissage cinématique linéaire est noté  $C$ . Les systèmes de glissement considérés sont ceux de type  $\{111\} \langle 100 \rangle$  et toutes les valeurs de la matrice d'interaction sont choisies égales à 1.

La loi de comportement est identifiée en utilisant un volume élémentaire représentatif de 284 grains ayant la texture cristallographique prise aléatoirement dans les orientations cristallographiques des moules A et B. Le passage « micro-macro » est réalisé avec l'utilisation de la règle en  $\beta$  qui n'est pas décrite dans ce manuscrit [Cailletaud1987] [Pilvin1990] mais dont les paramètres sont les suivant :  $C_{\text{règle } \beta}$  à 50 000 et  $D_{\text{règle } \beta}$  à 100.

La réponse numérique résultante de la loi élasto-viscoplastique cristalline identifiée est comparée à la courbe expérimentale sur la Figure IV-14. Les paramètres identifiés sont reportés dans le Tableau IV-3. La méthode d'optimisation utilise l'algorithme de Levenberg-Marquardt [Marquardt1963]. Bien que la courbe numérique ne soit pas strictement similaire à la courbe expérimentale, les paramètres identifiés permettent de simuler une réponse jugée proche et satisfaisante du comportement expérimental. Cependant, bien que 5 cycles soient simulés, l'effet rochet observé expérimentalement n'est pas mis en évidence avec l'expression de la loi de comportement identifiée numériquement. Le premier cycle de déformation peut alors être estimé satisfaisant, mais lors de trajet de chargement multiple la loi de comportement nécessite d'être réévaluée. D'autre part, la courbe expérimentale provient d'essais réalisés à 320°C. Or la mise en forme de U des échantillons est réalisée à la température ambiante. Les paramètres sont ainsi donnés à titre indicatifs et présentent surtout une base pour l'identification ultérieure des paramètres appropriés.



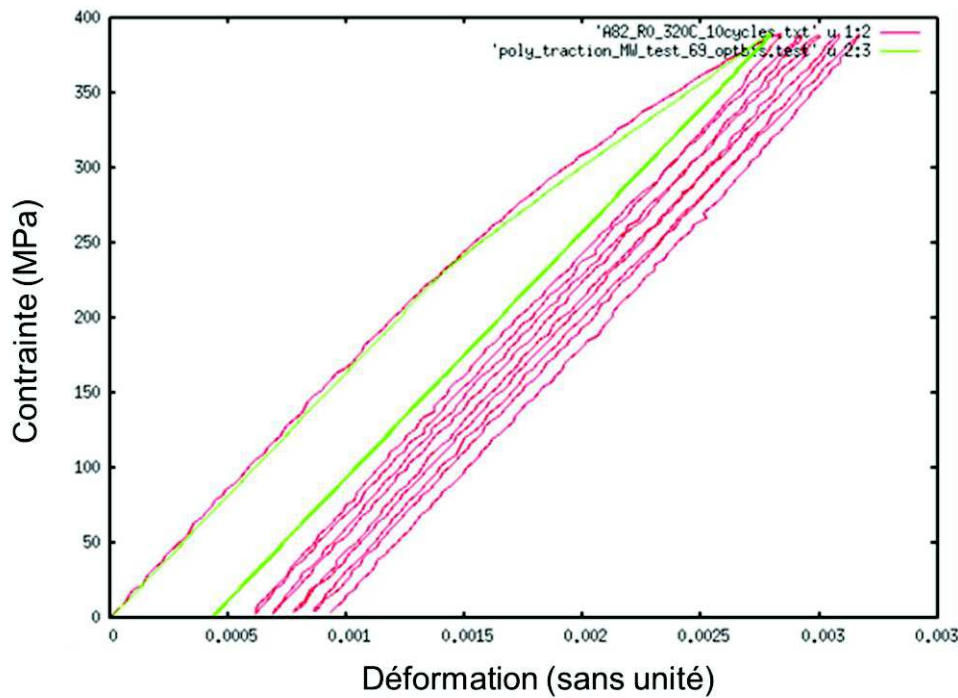


Figure IV-14 : Comparaison de la réponse numérique (verte) avec la courbe issue de l'essai de traction cyclique sur un échantillon du moule B. Seuls les 5 premiers cycles sont représentés ici

Paramètres	Valeur
E (MPa) imposé	164955
$\nu$ (-) imposé	0,33
n (-) imposé	6,505
K (-) imposé	31,6
Ro (MPa)	100
Q (MPa)	6000
B (-)	5,8
C (MPa)	66000

Tableau IV-3 : Paramètres identifiés pour la loi de comportement élasto-viscoplastique

Par ailleurs, si les essais utilisés pour identifier les paramètres de la loi de comportement sont pertinents pour les essais de fatigue et notamment pour avoir accès aux paramètres définissant l'écrouissage cinématique, ces essais ne sont pas pertinents vis-à-vis d'une sollicitation de type grande déformation (>10%) et associée aux opérations de mise en forme. En effet, nous constatons sur la Figure IV-15 une non-saturation de l'écrouissage pour une simulation du comportement en traction jusqu'à 12% de déformation macroscopique, ce qui ne correspond pas à la réalité, puisque la contrainte maximale  $R_m$  est de 700 MPa (Tableau IV-2). Toutefois, l'essai de traction reporté dans le Tableau IV-2 est réalisé à la température ambiante et la contrainte maximale  $R_m$  est atteinte avant la striction de l'alliage pour un allongement de 40% ce qui montre l'impossibilité d'avoir une contrainte de 13 000 MPa pour 13% de déformation comme prédit à la suite des calculs avec la loi identifiée (Figure IV-15). Par manque de temps, il n'a pas été possible de réaliser de nouveaux essais mécaniques jusqu'à rupture pour identifier à nouveau une loi de comportement plus réaliste. Cependant, l'étude portant sur une comparaison de l'état mécanique des joints de grains fissurés et non

fissurés, nous avons donc décidé, toutes choses égales par ailleurs, de normaliser la réponse locale par la réponse macroscopique homogène obtenue à 12% de déformation de la courbe de traction simulée avec la présente loi de comportement. D'après cette loi, la valeur de la contrainte utilisée pour la normalisation est de 12 000 MPa pour 12% de déformation. L'objectif est d'identifier les surcroûts de contrainte au voisinage des joints de grains calculés numériquement. Il s'agit donc d'une étude comparative et non absolue.

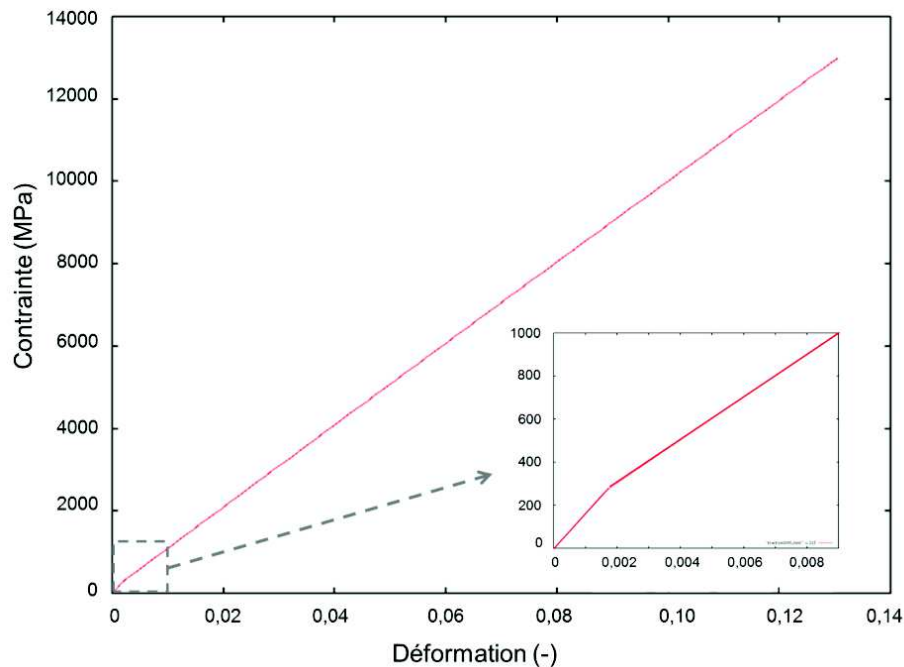


Figure IV-15 : Courbe simulée de traction jusqu'à 13% de déformation représentant le comportement de l'Alliage 82 avec la loi de comportement élasto-viscoplastique cristalline identifiée.

### IV.3.3 Mise en place de la géométrie

La géométrie choisie pour réaliser les simulations numériques par éléments finis est une géométrie 3D composée de deux grains autour d'un joint de grains perpendiculaire à la direction de sollicitation. Cette géométrie est utilisée pour les deux cas de figures (joints fissurés ou non) et permet de faire une étude comparative de la distribution des contraintes près des joints de grains. La Figure IV-16 présente la géométrie du bi-cristal qui a été réalisée à l'aide de la suite Z-set®. Les dimensions des grains du bi-cristal ne sont pas représentatives de la microstructure réelle des alliages étudiés mais sont représentatives d'une zone locale proche du joint de grains. Les dimensions sont de 80  $\mu\text{m}$  de long sur 40  $\mu\text{m}$  de large. L'épaisseur du bi-cristal (dans la direction S) est fixée à 20  $\mu\text{m}$ . Dans le cas des joints de grains fissurés étudiés, la largeur du bi-cristal (dans la direction L) est inférieure à la taille des fissures.

La modélisation du bi-cristal comme décrite précédemment implique les hypothèses suivantes :

- La dimension de l'épaisseur modélisée est très faible par rapport à l'épaisseur réelle de l'éprouvette, on peut donc considérer que l'on est en extrême surface avec une sollicitation mécanique en traction dans cette zone,
- La normale au plan du joint de grains est parallèle à la direction de traction.

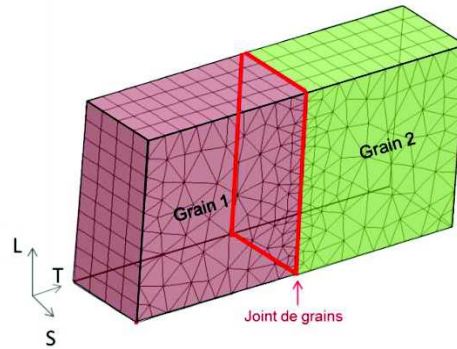


Figure IV-16 : Représentation du bi-cristal utilisé pour les simulations numériques par éléments finis

Le maillage 3D associé au bi-cristal est composé de 12807 degrés de liberté (DDL) associés à des éléments triangulaires à interpolation quadratique (c3d15). Il est affiné au niveau du joint de grains afin de bien capturer les différences et les hétérogénéités dans cette zone.

Il a été choisi de considérer le joint de grains comme une interface sans défaut ni propriétés et de ne pas introduire d'éléments d'interface dans les simulations numériques en raison d'une méconnaissance des critères de décohésion des joints de grains. Ce type d'approche est utilisé dans la littérature pour les problématiques d'ouverture des joints de grains aussi bien dans des cas d'études de CSC en milieu corrosif [Musienko2009] que pour des études de fissuration plus classiques [Geoffroy2013].

La même géométrie et la même loi de comportement sont utilisées pour tous les joints de grains étudiés. Pour chaque cas, les orientations cristallographiques mesurées par EBSD ont été introduites dans les simulations, rendant chaque simulation unique.

#### IV.3.4 Résultats des simulations numériques par éléments finis en appliquant des conditions aux limites macroscopiques homogènes

Dans un premier temps, il a été choisi d'appliquer les conditions aux limites « macroscopiques » à chaque bi-cristal étudié. L'application de ces conditions aux limites va permettre d'étudier si l'effet de la sollicitation macroscopique peut à elle seule générer des différences significatives de comportement à l'échelle locale entre les joints de grains fissurés et non fissurés. Dans ce cas de configuration, seules les orientations cristallographiques sont caractéristiques de la microstructure et tous les autres paramètres sont pris égaux par ailleurs.

Les conditions aux limites macroscopiques sont introduites dans la simulation de façon à appliquer une traction uniaxiale et normale aux joints de grains, selon l'axe T. Les faces dans les plans TL et TS sont libres (force nulle) et un nœud est bloqué dans les directions L et S pour éviter les déplacements de corps rigide. Une sollicitation en vitesse de déplacement imposée est appliquée sur les faces des plans LS. Pour cela, les nœuds situés à l'extrémité gauche du grain 1 voient leur déplacement selon T nul et les nœuds à l'extrémité droite du grain 2 se déplacent suivant la direction T à une vitesse constante de  $0,96 \mu\text{m/s}$  soit une vitesse de déformation de  $2,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Un déplacement est donc appliqué pour simuler la déformation théorique de 12% vue par la mise en forme de l'éprouvette en 10 secondes. Toutefois, il est à noter que la mise en forme des éprouvettes U-bend s'apparente à un essai de flexion trois points. Cependant, conformément à l'hypothèse citée précédemment concernant, la taille et l'épaisseur de la zone étudiée, ces dimensions sont très petites par rapport à la taille de l'éprouvette déformée par flexion, ce qui localement, peut s'apparenter à une traction uniaxiale.

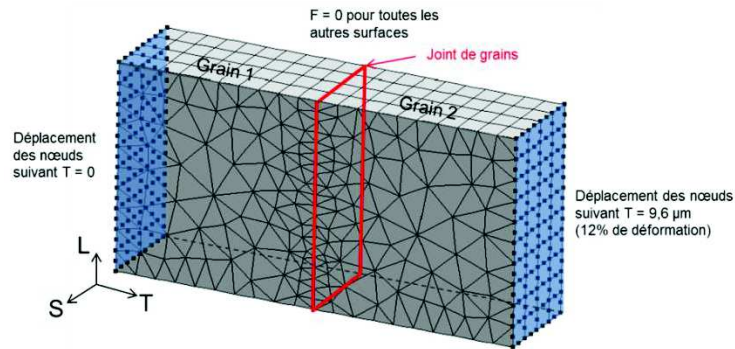


Figure IV-17 : Modélisation du bi-cristal et des conditions aux limites appliquées pour imposer une déformation globale égale à 12%, valeur finale théorique atteinte par la déformation expérimentale macroscopique

Rappelons que les valeurs des contraintes présentées sont normalisées par une contrainte macroscopique mesurée à 12% de déformation soit 12 000 MPa. La Figure IV-18 présente la répartition des contraintes de von Mises ( $\sigma_{VM}^N$ ) et principales ( $\sigma_{TT}^N$ ) normalisées pour les cas de joints de grains fissurés (F12 couple 1) et non fissurés (FI). Les résultats mettent en évidence une localisation de la contrainte au niveau des joints de grains dans les deux cas présentés, résultats représentatifs de l'ensemble des cas étudiés.

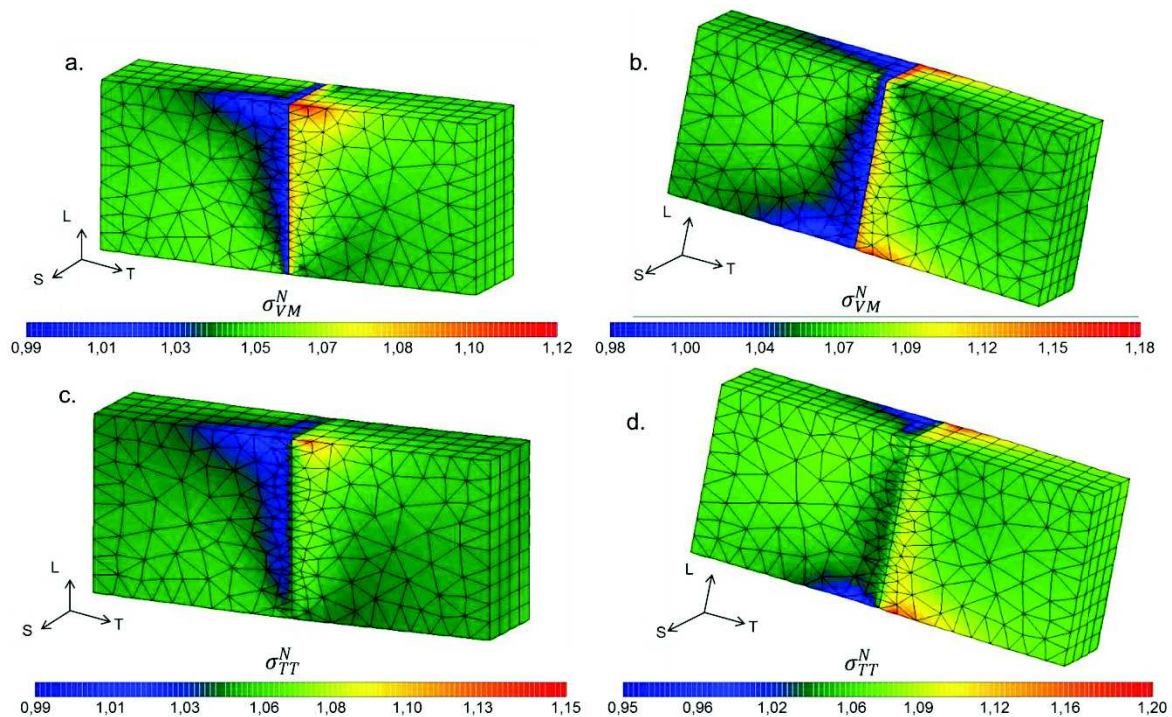


Figure IV-18 : Visualisation des contraintes de von Mises ( $\sigma_{VM}^N$ ) et normales au joint de grains ( $\sigma_{TT}^N$ ), en (a.) et (c.) pour le joint de grains F12 (couple 1), et pour le joint de grains FI en (b.) et (d.) (Échelles normalisées par la contrainte mesurée à 12% de déformation macroscopique à 12%)

En ce qui concerne les déformations normales aux joints de grains, la Figure IV-19 met en évidence, pour les mêmes bi-cristaux que la Figure IV-18 (F12 et FI), une déformation hétérogène d'un grain par rapport à l'autre avec un faible delta de déformation au sein des grains.

Les contraintes et les déformations normales au joint de grains ne sont pas constantes suivant la longueur (direction T) et l'épaisseur (direction S) en raison de la dépendance à la cristallographie qui influence les réponses des grains les uns par rapport aux autres.



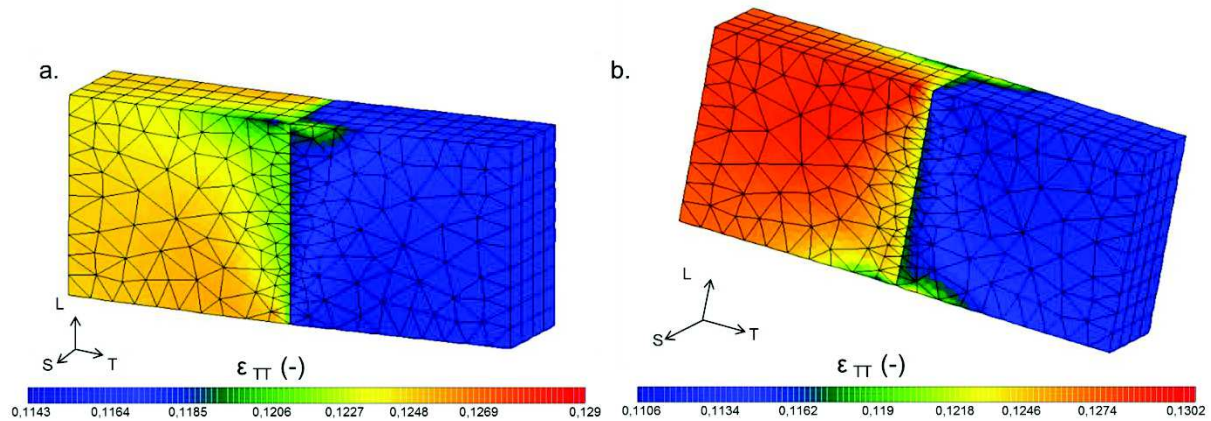


Figure IV-19 : Visualisation de la composante de déformation normale au joint de grains ( $\epsilon_{TT}$ ) du cas fissuré F12 (couple 1) (a.) et du cas non fissuré FI (b.)

Afin d'étudier les différences de contrainte et de déformation, et ainsi en déduire la zone d'influence du joint de grains, des profils de ces grandeurs caractéristiques ont été relevés. La Figure IV-20 montre les trois profils qui ont été définis et la Figure IV-21 présente les valeurs relevées pour chaque profil pour le cas du joint de grain fissuré F12 (couple 1). Les valeurs sont relevées aux nœuds du maillage, qui ne sont pas alignés sur l'axe de sollicitation et qui nécessite une interpolation à partir des points de Gauss, ce qui peut expliquer les perturbations observées. Toutefois, ces profils sont cohérents avec les contraintes et les déformations normales moyennes des Figure IV-18 et Figure IV-19.

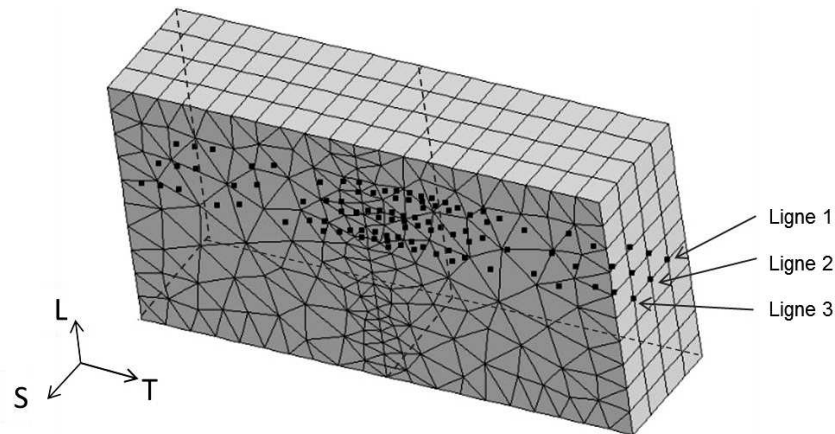


Figure IV-20 : Représentation des nœuds auxquels sont interpolées les contraintes et les déformations pour l'établissement de profils

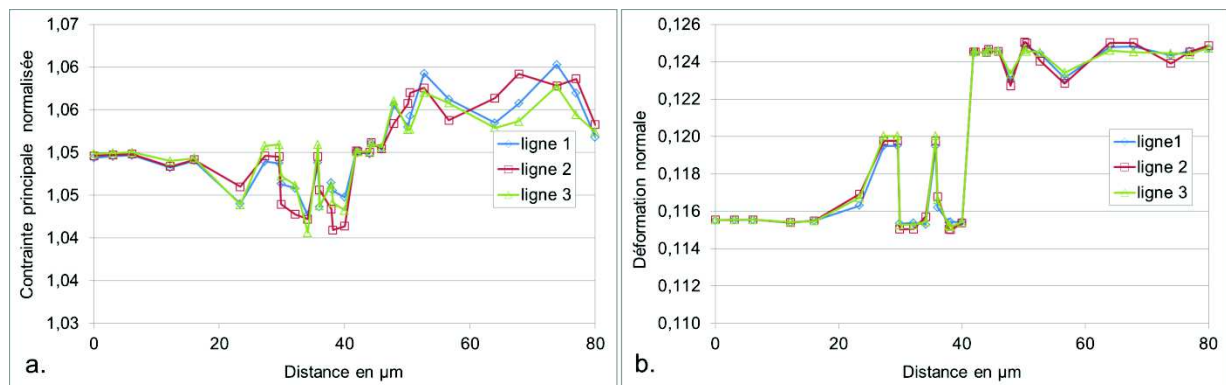


Figure IV-21 : (a.) Profils de contrainte suivant la direction de sollicitation T normalisée par la valeur moyenne macroscopique et (b.) Profils de déformation normale au joint de grains, cas du joint fissuré F12

Une zone d'intérêt de 20  $\mu\text{m}$  centrée sur le joint de grains a été choisie pour caractériser les contraintes et les déformations normales de tous les cas étudiés (en vert sur la Figure IV-22). Seules les valeurs des points de Gauss de cette zone seront considérées. Les points de Gauss situés sur les bords du bi-cristal ne sont pas pris en compte pour s'affranchir des effets de bords.

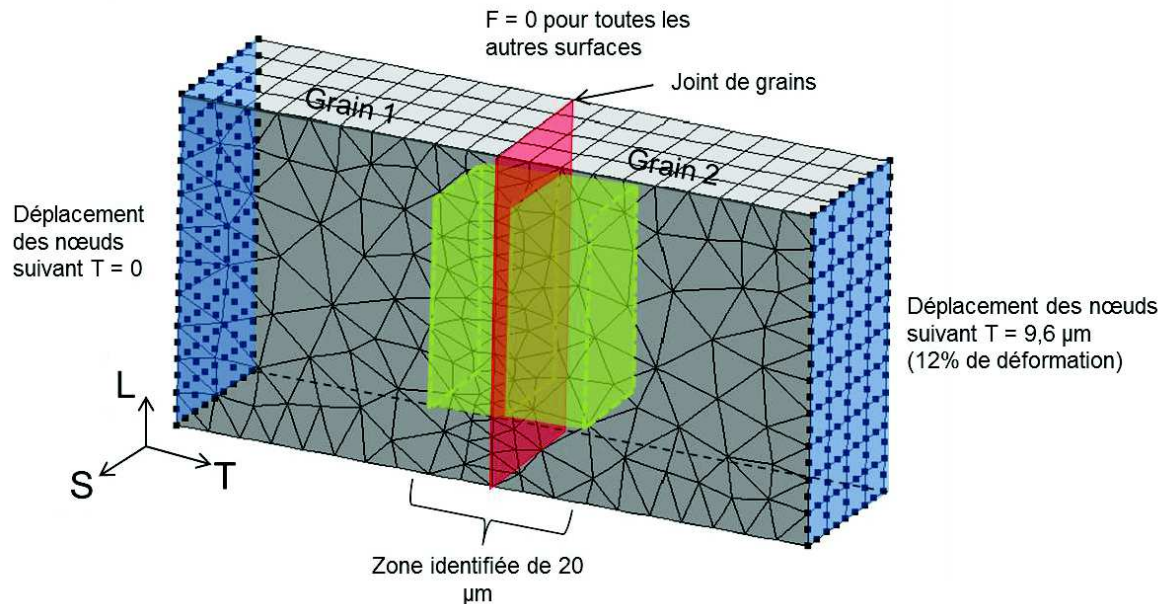


Figure IV-22 : Représentation des conditions aux limites et de la zone d'intérêt pour étudier les contraintes et les déformations proches du joint de grains

Les valeurs de contraintes normales maximales ( $\sigma_{gb\ max}^N$ ) et celles des différences (delta) de déformation ( $\Delta\varepsilon_{gb}$ ) sont relevées pour chaque cas simulé. La contrainte normale maximale  $\sigma_{gb\ max}^N$  correspond à la valeur maximale associée au point de Gauss le plus sollicité dans toute la zone d'intérêt et  $\Delta\varepsilon_{gb}$  correspond à la différence de déformation entre la déformation moyenne dans la zone d'intérêt du grain 1 et la déformation moyenne dans la zone d'intérêt du grain 2.

Les contraintes et les déformations normales relevées au niveau des joints de grains pour tous les couples de joints de grains sélectionnés de l'éprouvette EP921 sont présentées sur la Figure IV-23. Rappelons que les contraintes normales maximales sont normalisées par la contrainte normale macroscopique.

Les résultats ne mettent pas en évidence de contraintes normales maximales ( $\sigma_{gb\ max}^N$ ), ni de delta de déformation moyenne ( $\Delta\varepsilon_{gb}$ ) seuils qui permettrait de dissocier les joints de grains fissurés des joints de grains non fissurés. Cependant, la Figure IV-23 (a.) confirme que, dans la majorité des cas étudiés, les contraintes normales maximales sont supérieures à la valeur macroscopique (12%), ce qui signifie qu'à proximité des joints de grains, il y a bien une surcontrainte. Les différences de déformation, observés sur la Figure IV-23 (b.), présentent de très faibles différences entre les grains.

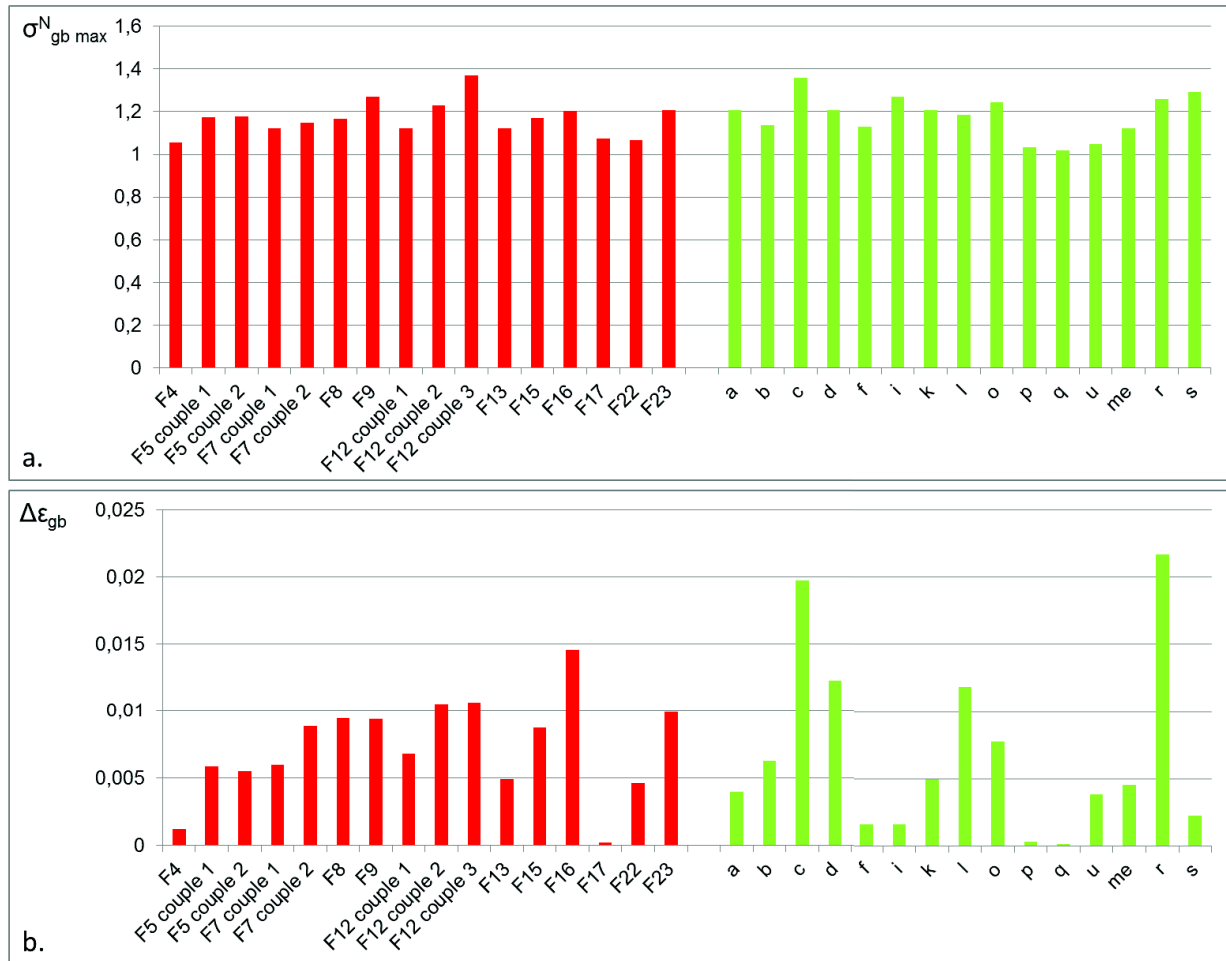


Figure IV-23 : Mesures des contraintes normales maximales ( $\sigma_{gb\ max}^N$ ) (a.) et des différences de déformation moyenne ( $\Delta\epsilon_{gb}$ ) (b.) au niveau du joint de grains pour les cas fissurés en rouge et non fissurés en vert

Les résultats précédents montrent, sous réserve de la validité des hypothèses retenues, que l'application des conditions aux limites macroscopiques ne permet pas d'identifier un critère unique de rupture des joints de grains, que ce soit en termes de contrainte ou de déformation. La microstructure, avec la prise en compte des orientations cristallographiques comme seuls paramètres de modification des simulations numériques, ne permet pas de répondre à la problématique de l'amorçage de fissures. Par ailleurs, les champs de déformation expérimentaux ont montré que la déformation en surface des éprouvettes était hétérogène à l'échelle macroscopique (celle de l'apex) et à l'échelle microscopique (celle de la microstructure). La poursuite des investigations a donc pour but d'appliquer des conditions aux limites expérimentales, les plus proches de la réalité, mesurées à l'aide de la corrélation d'images numériques des microgrilles en se focalisant autour des joints de grains étudiés précédemment.

#### IV.3.5 Résultats des simulations numériques par éléments finis avec l'application de conditions aux limites expérimentales

L'étude numérique a été poursuivie par l'application des déplacements expérimentaux aux contours des bi-cristaux étudiés. En effet, les champs de déformation mesurés, évoqués dans le paragraphe IV.2.1, ont révélé une hétérogénéité de déformation avec une valeur maximale pouvant atteindre localement 40%. Pour cela, les déformations expérimentales localisées autour des joints de grains étudiés ont été mesurées à l'aide des déplacements des nœuds des microgrilles.

Les déplacements mesurés par CMV<sup>®</sup> sont donc introduits dans les simulations numériques par éléments finis en les appliquant sur le contour du bi-cristal comme le montre la Figure IV-24 (a.). La taille de la zone qui a été mesurée expérimentalement autour des joints de grains est la même que celle du bi-cristal modélisé par simulation numérique, soit de 88  $\mu\text{m}$  de long par 44  $\mu\text{m}$  de large et centré sur le joint de grains (Figure IV-24 (b.)). Les mesures sur CMV<sup>®</sup> sont des mesures en 2D. Les déplacements mesurés en surface avec CMV<sup>®</sup> dans les directions T et L sont appliqués aux nœuds du contour et sont identiques pour tous les nœuds quelle que soit leur position suivant l'axe S. Un nœud est bloqué suivant la direction S afin d'éviter les mouvements de corps rigide.

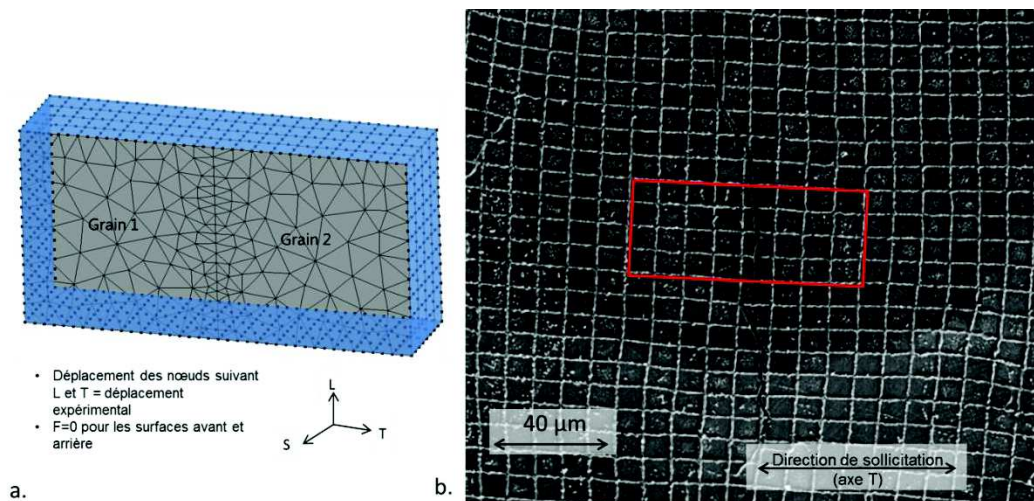


Figure IV-24 : (a.) Visualisation des nœuds utilisés pour appliquer les conditions aux limites expérimentales sur le bi-cristal sur le contour bleu et (b.) observation de la taille du bi-cristal modélisé sur une microgrille de l'éprouvette EP921 du moule B et autour du joint de grains fissuré F12 (couple 1)

Les conditions aux limites expérimentales ont été appliquées sur 5 joints de grains fissurés et 9 joints de grains non fissurés de l'éprouvette U-bend EP921. Ces joints de grains ont été choisis en raison de leur positionnement qui est plus proche de l'apex (Figure IV-11). Les joints de grains fissurés sont libellés F7, F8, F12 (couple 1), F13 et F17 et les joints de grains non fissurés sont libellés Fa, Fd, Ff, Fi, Fo, Fp, Fq, Fu et Fme. La zone proche du joint de grains utilisée pour calculer les contraintes et les déformations normales est la même que celle utilisée pour les simulations numériques avec les conditions aux limites macroscopiques.

Toutefois, l'utilisation des conditions aux limites appliquées sur le contour du bi-cristal (Figure IV-24 (a.)) entraîne des perturbations, qui sont dues aux relevés des déplacements sur le bord du bi-cristal. En effet, le nombre de nœud est supérieur au nombre d'intersections de la microgrille (Figure IV-25), ainsi la procédure de corrélation d'images choisie impose un même déplacement aux nœuds les plus proches d'une intersection de grille. Afin d'éviter d'entacher les résultats avec cette erreur, nous ferons abstraction des 4 premières couches d'éléments associées aux surfaces normales à l'axe L et d'une couche d'éléments pour les surfaces latérales de normale S (Figure IV-25) pour le relevé des données de contrainte et de déformation.



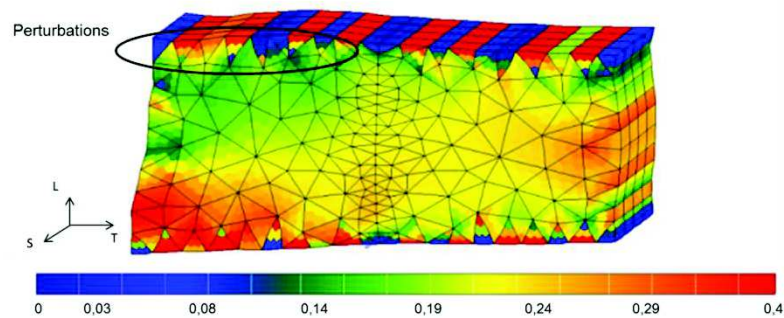


Figure IV-25 : Résultats des déformations normales au joint de grains avec les conditions aux limites expérimentales appliquées sur le bi-cristal du joint de grains fissuré libellé F7

Les champs de déformation normaux au joint de grains obtenus numériquement ont été comparés à ceux mesurés expérimentalement pour l'ensemble des joints de grain étudiés (Figure IV-26 et annexe 16). Les champs de déplacements ont été imposés à un maillage avec interpolation linéaire représentant la microgrille. Les déformations sont ainsi calculées par la procédure classique imposée par le code de calcul par éléments finis. Cette comparaison permet de vérifier la bonne reproductibilité des conditions aux limites sur les résultats de déformation, comme pour le joint de grains F1 (Figure IV-26). Dans certains cas, des champs de déformation sont moins hétérogènes, comme le cas du joint de grains F12 (Figure IV-26).

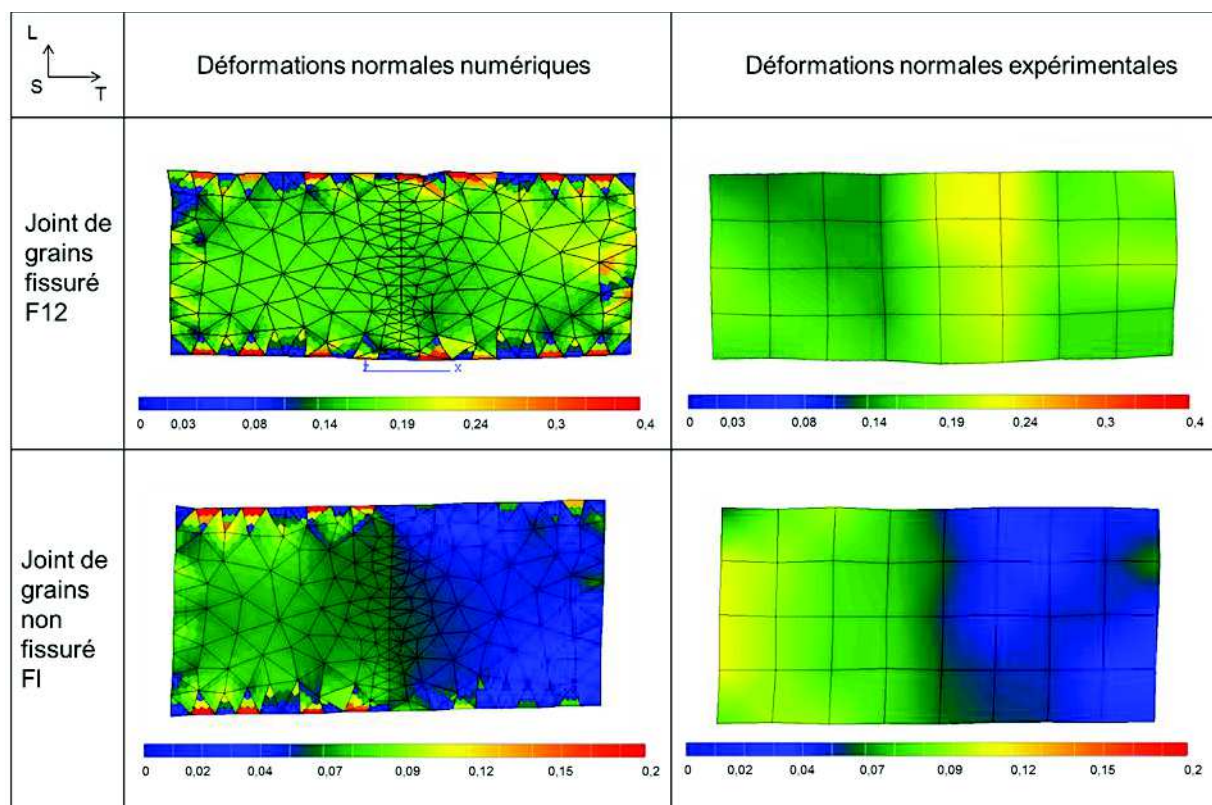


Figure IV-26 : Comparaison des champs de déformation expérimentaux et numériques pour la composante de déformation normale au joint de grains, cas des joints de grains fissuré F12 et non fissuré F1

L'étude des contraintes normales au joint de grains (suivant l'axe T) normalisées par la contrainte moyenne calculée à 12% de déformation macroscopique ( $\sigma_{gb}^N$ ), met en évidence des valeurs moyennes plus élevées pour les cas fissurés que pour les cas non fissurés (Figure IV-27). En effet, les joints de grains non fissurés présentent pour 5 cas sur 9 une contrainte  $\sigma_{gb}^N$  inférieure à la contrainte normale moyenne mesurée dans la zone d'intérêt (Tableau IV-4).

De plus, la moyenne des contraintes normales est plus élevée pour tous les joints fissurés. Les champs de contrainte des autres cas étudiés sont reportés en annexe 17.

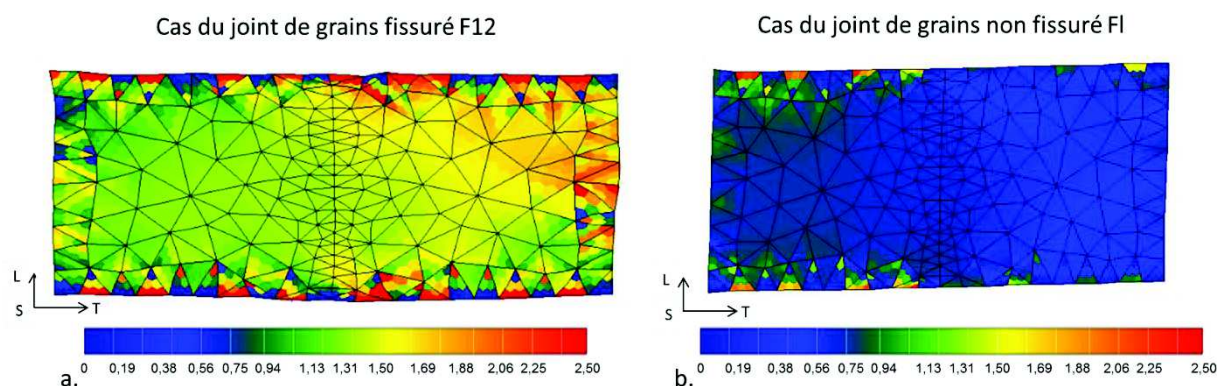


Figure IV-27 : Répartition des contraintes normales au joint de grains normalisées par la contrainte normale calculée à 12% de déformation macroscopique, cas des joints de grains F12 (fissuré) (a.) et F1 (non fissuré) (b.)

		Zone proche du joint de grain du grain 1	Zone proche du joint de grain du grain 2	Moyenne de la zone d'intérêt totale
Joint de grains fissurés	F7	2,14	2,14	2,14
	F8	1,79	1,88	1,83
	F12	1,39	1,42	1,41
	F13	1,51	1,60	1,56
	F17	1,69	1,76	1,73
Joint de grains non fissurés	Fa	1,12	1,13	1,12
	Fd	0,62	0,62	0,62
	Ff	1,41	1,54	1,47
	Fi	0,67	0,62	0,65
	Fo	0,79	0,78	0,78
	Fp	2,02	2,14	2,08
	Fq	1,54	1,48	1,51
	Fu	0,95	0,93	0,94
	Fme	0,35	0,34	0,34

Tableau IV-4 : Contraintes normales moyennes (normalisées) relevées au niveau des joints de grains (zone d'intérêt) des cas fissurés et non fissurés

Les contraintes normales maximales ( $\sigma_{gb\ max}^N$ ) ont été calculées et relevées au niveau des joints de grains (toujours dans la zone d'intérêt) de tous les cas étudiés (Figure IV-28 (a.)). Les joints de grains fissurés présentent une moyenne des contraintes normales maximales plus élevée pour les joints de grains non fissurés. Bien qu'une contrainte normale maximale seuil ne puisse être clairement déterminée, on peut tout de même estimer que les joints de grains avec une valeur égale ou supérieure à 1,62 fois la contrainte moyenne pour  $\sigma_{gb\ max}^N$  sont plus susceptibles d'amorcer des fissures de CSC.

Par ailleurs, Wehbi [Wehbi2014] a montré que les distances de pénétration d'oxyde aux joints de grains sont plus élevées dans les joints de grains présentant de fortes hétérogénéités de déformation. Les différences de déformation ont été étudiés (Figure IV-28 (b.)). Bien qu'une valeur seuil distinguant les cas fissurés de ceux qui ne le sont pas ne puisse pas être déterminée, la valeur moyenne des différences de déformation des cas fissurés est supérieure à la celle des cas non fissurés.

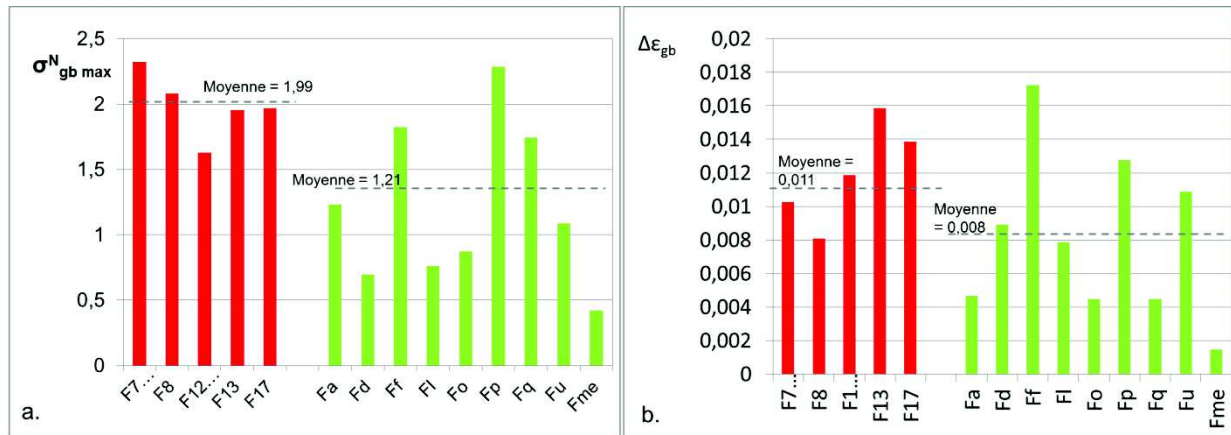


Figure IV-28 : (a.) Contraintes normales maximales normalisées mesurées aux joints de grains fissurés en rouge et aux joints de grains non fissurés en vert ( $\sigma_{gb\ max}^N$ ) et (b.) différences de déformation moyenne mesurées au niveau des mêmes joints de grains ( $\Delta\epsilon_{gb}$ ) avec les moyennes associées à chaque catégorie de joints de grains (fissurés en rouge et non fissurés en vert)

Nous avons alors essayé de conjuguer les deux grandeurs mécaniques pour définir une équivalence en terme énergétique, pouvant être assimilée à une énergie de cohésion du joint de grains. Les graphiques de la Figure IV-29, (a.) et (b.), représentent cette grandeur mécanique en fonction de la différence de déformation entre les grains, et de la contrainte normale maximale. Aux vues de ces résultats et malgré les hypothèses fortes formulées, tant sur la loi de comportement que sur les conditions aux limites, il apparaît que la prise en compte de l'état local permet de mieux approcher les hétérogénéités de déformation ou de contrainte mis en jeu au sein des bi-cristaux. De ces corrélations, il semble qu'un critère associant la différence de déformation et la contrainte normale maximale puisse apparaître sur la Figure IV-29 avec un seuil à 0,012, sans prépondérance ni de la différence de déformation, ni de la contrainte normale maximale. Nous observons, cependant, que deux cas non fissurés (Ff et Fp) ne respectent pas ce critère. Ce résultat conduit à faire l'hypothèse que d'autres critères doivent être associés aux paramètres mécaniques comme ceux dépendant de la microstructure, qui seront évoqués dans la suite de ce chapitre.

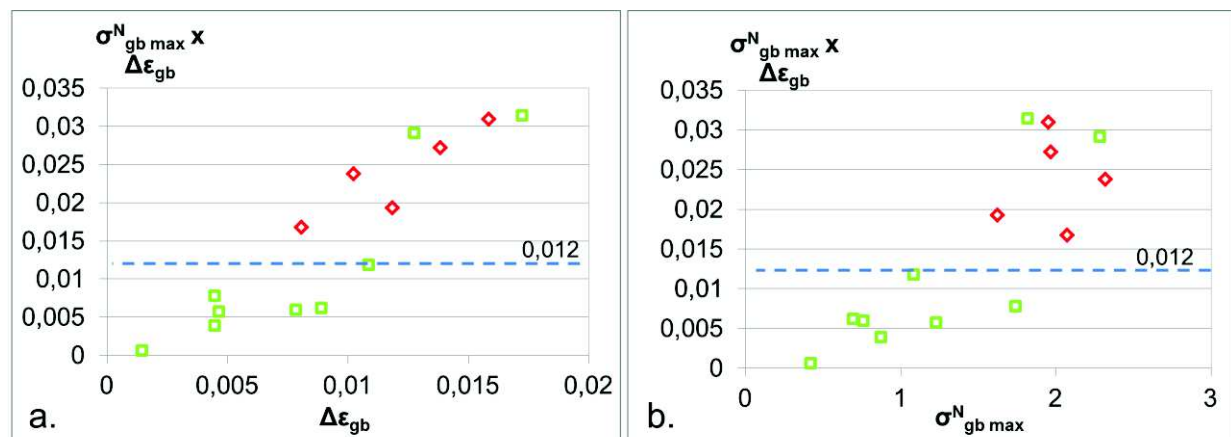


Figure IV-29 : Produit des contraintes normales maximales normalisées mesurées au joint de grains avec le delta de la déformation en fonction (a.) du delta de déformation et (b.) de la contrainte normale maximale normalisée, cas fissurés en rouge et non fissurés en vert.



#### IV.4 Association des champs mécaniques locaux à l'amorçage et à la microstructure

Afin d'associer les paramètres issus de l'étude mécanique et ceux issus de l'étude microstructurale, deux analyses complémentaires ont été réalisées. La première consiste en une observation en coupe des joints de grains qui ont été étudiés numériquement dans le but de caractériser leur nature et de leur orientation en profondeur (vérification de l'hypothèse de normalité par rapport à l'axe de traction du plan du joint de grain).

La deuxième analyse consiste en l'association des paramètres mécaniques avec les paramètres microstructuraux qui ont été déterminés dans le chapitre précédent. En effet, il a été observé qu'un critère de différence de taille entre les grains adjacents au joint de grains pouvait être retenu. Dans la majorité des cas de joints de grains fissurés étudiés, l'aire d'un grain est significativement plus élevée que celle de l'autre. De plus, il a également été observé dans la majorité des cas, qu'au moins un grain sur deux présente un diamètre équivalent inférieur à 250  $\mu\text{m}$  soit une aire inférieure à 50 000  $\mu\text{m}^2$  (paragraphe III.3.1).

Les premières observations de pénétrations d'oxyde et d'amorces de fissures ont été présentées dans le paragraphe III.2.1. Ces observations ont mis en évidence, dans le cas des éprouvettes équipées de microgrilles, que les pénétrations d'oxyde sont de morphologie similaire entre les éprouvettes U-bend du moule B et du moule B'. De plus, certaines pénétrations peuvent être assimilées à des amorces de fissures ou des fissures en raison de la présence de nickel pur au niveau du joint de grains.

Des observations complémentaires ont été réalisées dans un MEB-FIB de type FEI HELIOS Nanolab 660 acquis dans le cadre de l'EquipEx MATMECA (ANR-10-EQPX-37) situé au laboratoire MSSMat de Centrale Supélec. Cet équipement consiste en un MEB auquel est ajoutée une colonne ionique FIB (Focused Ion Beam) qui va permettre d'enlever de la matière autour de la zone ciblée à l'aide d'un faisceau d'ions gallium. La colonne FIB utilisée a une tension d'accélération et une intensité comprises respectivement entre 500 V et 30 keV et entre 0,1 pA et 65 nA. Afin de protéger la zone ciblée pour le prélèvement, un dépôt de platine est préalablement réalisé. La procédure de découpe est illustrée ci-dessous (Figure IV-30).

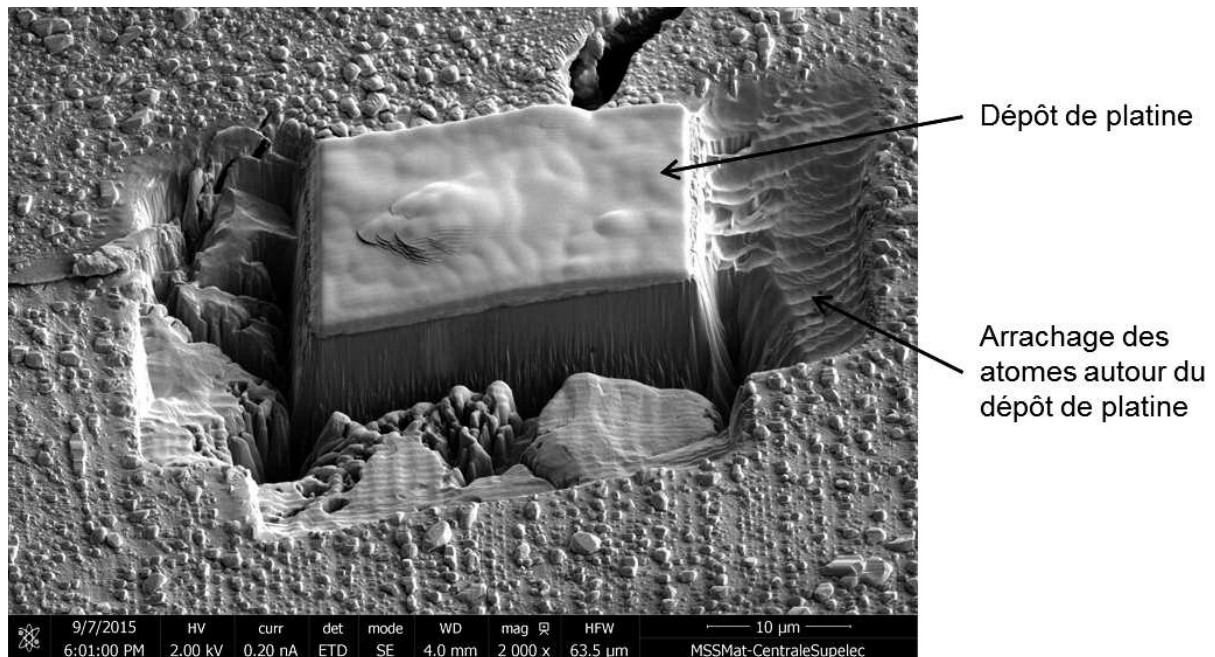


Figure IV-30 : Exemple de découpe par FIB autour d'une zone préalablement recouverte d'un dépôt de platine



Dans notre cas, les dimensions choisies pour le dépôt de platine sont de 20  $\mu\text{m}$  de long, 2  $\mu\text{m}$  de large et 2  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Les conditions de ce dépôt sont adaptées à un prélèvement ultérieur de lames minces. La tension d'accélération et le courant utilisés sont, respectivement, de 30 KeV et 0,43 nA. Une excavation devant la couche de platine avec une tension d'accélération de 30 KeV et un courant de 47 nA, puis un nettoyage de la surface à observer, sont réalisés. Le nettoyage de la surface à analyser à l'aide du faisceau ionique est décomposée en trois étapes successives avec une tension d'accélération de 30 KeV et un courant de 2,5 nA, 0,79 nA et 0,43 nA respectivement.

Les prélèvements et observations ont donc été réalisés principalement sur les joints de grains non fissurés dont le comportement mécanique a été étudié par simulations numériques. De plus, un joint de grains fissuré a été observé (F7). Au total, huit joints de grains non fissurés ont été observés : Fa, Fd, Ff, Fi, Fo, Fp, Fq et Fme. Parmi les joints de grains choisis, se trouvent les deux joints ne répondant pas au critère en contrainte de non fissuration, comme illustré sur le graphique de la Figure IV-29 : le joint Ff et le joint Fp.

Lors des premières étapes d'érosion, une zone d'une largeur proche du micromètre, localisée au niveau du joint de grains, présentant un contraste blanc entouré d'un contraste gris foncé de part et d'autre du blanc sur une profondeur supérieure à 10  $\mu\text{m}$  est observée (Figure IV-31). Des caractérisations ont été réalisées sur cette zone avec des analyses EDX au MET. Ces analyses montrent (Figure IV-32) que le contraste blanc correspond à du nickel pur et que le contraste gris foncé correspond à de l'oxyde riche en chrome. Ce dernier apparaît continu dans la partie la plus proche du nickel pur mais se présente sous forme de canaux pénétrant dans l'alliage dans la partie la plus éloignée du nickel pur. La présence de nickel pur se retrouve donc à la fois sous forme de cristallites en surface des éprouvettes U-bend mais également dans les joints de grains. Certains joints de grains observés présentent, en plus de la présence de nickel pur, une décohésion à l'interface zone blanche/zone grise.

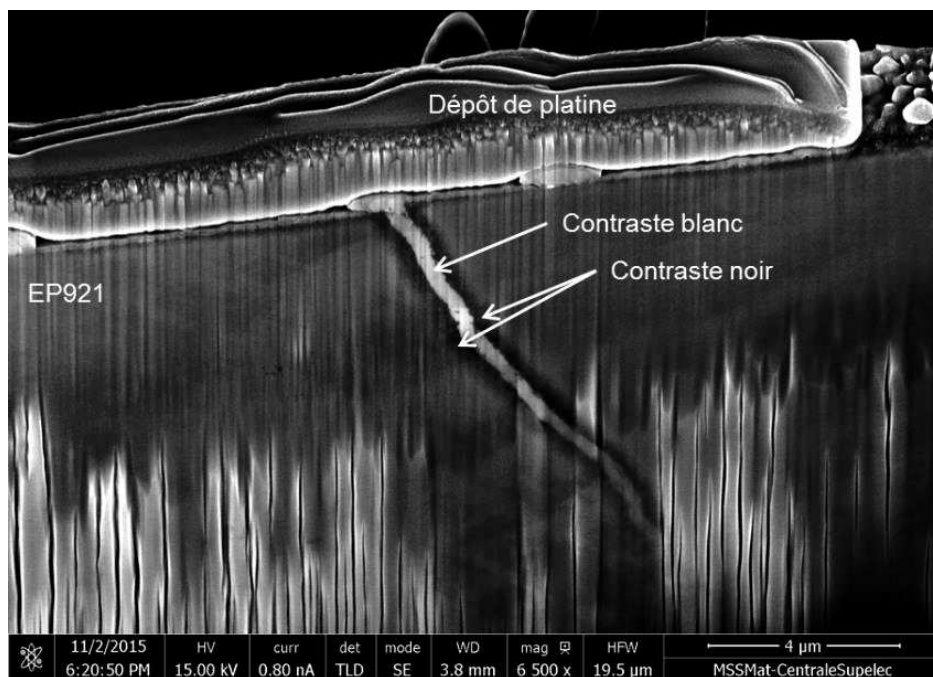


Figure IV-31 : Observation au MEB en mode électrons secondaires de la section révélée par découpe au FIB et correspondant au joint de grains noté Ff

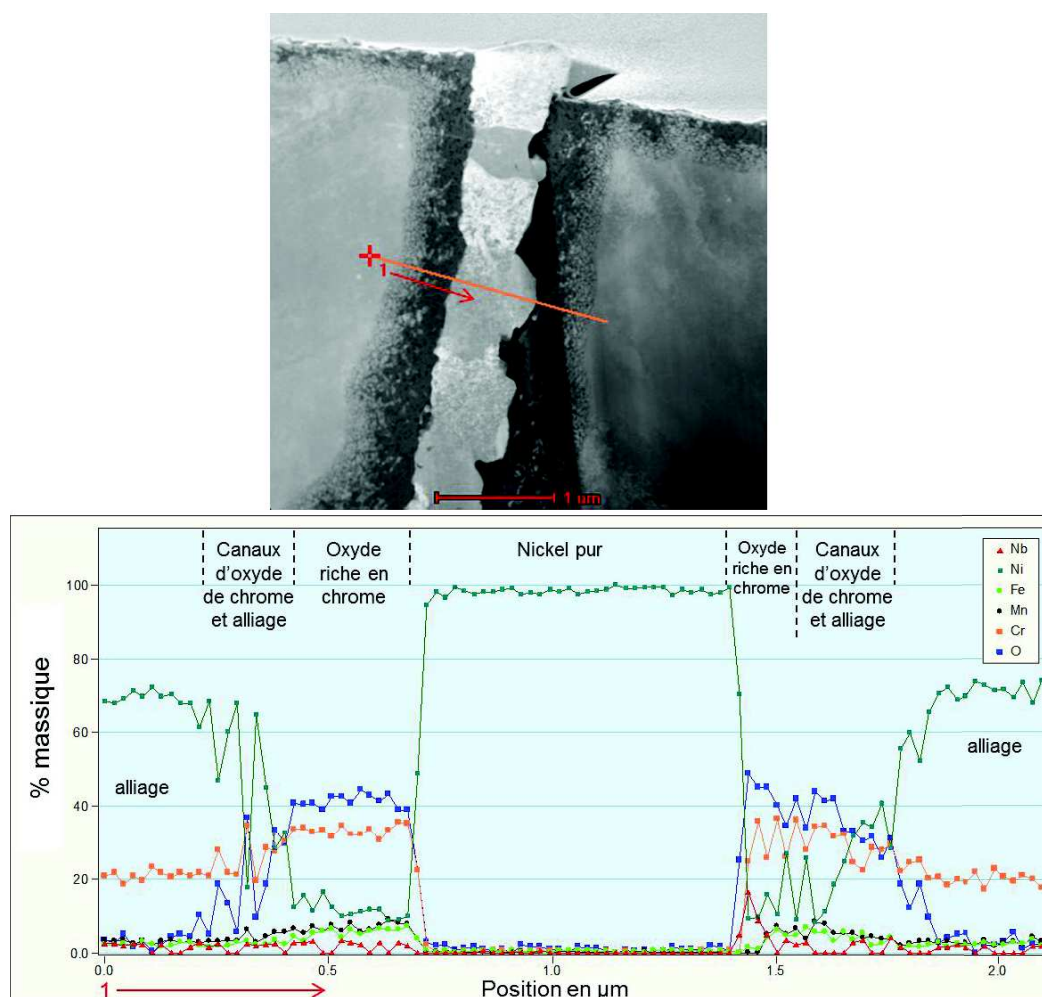


Figure IV-32 : Observation par MET en mode HAADF du joint de grains Ff et profil d'analyse EDX de l'oxyde riche en chrome et du nickel pur au niveau du joint de grains ; %massique des éléments analysés

Il semblerait que nos conditions d'essai d'amorçage favorisent d'une part la formation d'un oxyde riche en chrome, et d'autre part le transport du nickel vers les surfaces libres. Ceci nous amène à requalifier en amorces de fissures de CSC un certain nombre de joints de grains préalablement identifiés par les observations de surface au MEB comme « non fissurés ». Cette requalification de certains joints de grains en « amorce de fissures » signifie, suivant notre définition, que l'épaisseur du nickel pur observé dans les joints est trop élevée pour être considérée comme une pénétration d'oxyde et que cette présence peut être :

- soit une diffusion du nickel vers une surface libre en raison de la formation de l'oxyde riche en chrome, signifiant alors que le joint de grains était fissuré,
- soit la formation d'une zone « dé-alliée » (comme observé par Bertali *et al.* [Bertali2015]), en raison de la formation de l'oxyde de chrome.

Toutefois, la première hypothèse est privilégiée en raison du fait que des cristallites de nickel sont également observées en surface. La deuxième hypothèse n'implique pas forcément une décohésion à l'interface entre la zone « dé-alliée » et l'oxyde riche en chrome mais impose une modification du mécanisme avec l'apparition de cette zone « dé-alliée ». De ce fait, cela pose la question de la résistance mécanique de cette interface.

Le Tableau IV-5 présente les caractéristiques des joints de grains dit « non fissurés » (sans fissure apparente en surface) en termes de profondeur de pénétration, largeur du joint de grains, épaisseur de nickel dans le joint de grains et angle du joint de grains par rapport au plan perpendiculaire à la surface. D'après les observations en coupe, les joints de grains Fd,

Ff et Fq sont fissurés, une décohésion de l'interface est observée, mais ces fissures ne sont pas visibles en surface en raison du nickel qui les recouvre (exemple avec (a.) et (b.) de la Figure IV-33). Les autres joints de grains n'ont pas présenté de fissuration. Cependant, un critère basé sur les épaisseurs de nickel pur et les longueurs totales des joints de grains permet de distinguer ceux qualifiés d'amorces de fissures/fissures et ceux de pénétrations. D'après les observations réalisées ici, je propose la définition suivante pour notre étude :

- Si l'épaisseur de nickel dans le joint de grain est supérieure à 150 nm et si l'épaisseur totale associant la zone de nickel pur et un oxyde riche en chrome (avec les canaux) est supérieure à 700 nm, et de plus qu'**une décohésion entre le nickel pur et l'oxyde est observée** alors le joint de grains est fissuré,
- Si l'épaisseur de nickel dans le joint de grain est supérieure à 150 nm et si l'épaisseur totale associant la zone de nickel pur et un oxyde riche en chrome (avec les canaux) est supérieure à 700 nm, mais **sans observation de décohésion** du joint de grains alors celui-ci est considéré comme étant une amorce de fissure,
- Enfin, si l'épaisseur de nickel pur dans le joint de grains est inférieure à 150 nm, et que l'épaisseur associée au nickel pur et à l'oxyde riche en chrome est inférieur à 700 nm, le joint de grain sera considéré comme oxydé. Nous serons donc en présence d'une **pénétration d'oxyde**.

D'après cette définition, les joints Ff et Fp sont qualifiés d'amorces et les joints Fa, Fo et Fme de pénétrations.

	profondeur de pénétration (µm)	largeur totale du joint de grains (oxyde de chrome + nickel) (nm)	largeur du nickel pur dans le joint de grain (nm)	angle du joint de grains par rapport au plan perpendiculaire à la sollicitation (°)
F7 couple 2	>10,00	1810	500	5,0
Fa	4,13	450	60	5,6
Fd	>11,00	1690	640	0,4
Ff	>12,17	1510	580	13,3
Ff	>10,79	990	370	12,0
Fo	3,26	470	90	30,2
Fp	>7,50	920	290	32,5
Fq	>11,18	700	280	12,0
Fme	4,00	500	150	35,0

Tableau IV-5 : Profondeur de pénétration de l'oxyde, largeur totale des zones formées d'oxyde et de nickel pur, largeur de nickel pur dans le joint de grains et angle du plan du joint de grains par rapport au plan perpendiculaire à la sollicitation

Outre la profondeur de la zone oxydée, les joints de grains Fa, Fo et Fme présentent, une morphologie de celle observée sur les joints de grains amorcés et fissurés. De plus, les analyses EDX mettent en évidence sur les Figure IV-34 (b.) et (c.), une répartition des oxydes dans le joint de grains avec au centre de l'oxyde riche en chrome, et d'une couche de nickel pur ainsi que des canaux d'oxyde riche en chrome de part et d'autre.

Une analyse EDX en pointe de pénétration (Figure IV-34 (d.) et (e.)) montre un profil de concentration dissymétrique avec un appauvrissement en chrome sur le côté droit. Cet appauvrissement en chrome serait dû à la formation de canaux d'oxyde qui se forment du même côté du joint de grains. Il semblerait donc qu'un des deux grains soit plus favorable à la pénétration d'oxyde, signifiant vraisemblablement un effet de l'orientation cristallographique sur la cinétique de pénétration.

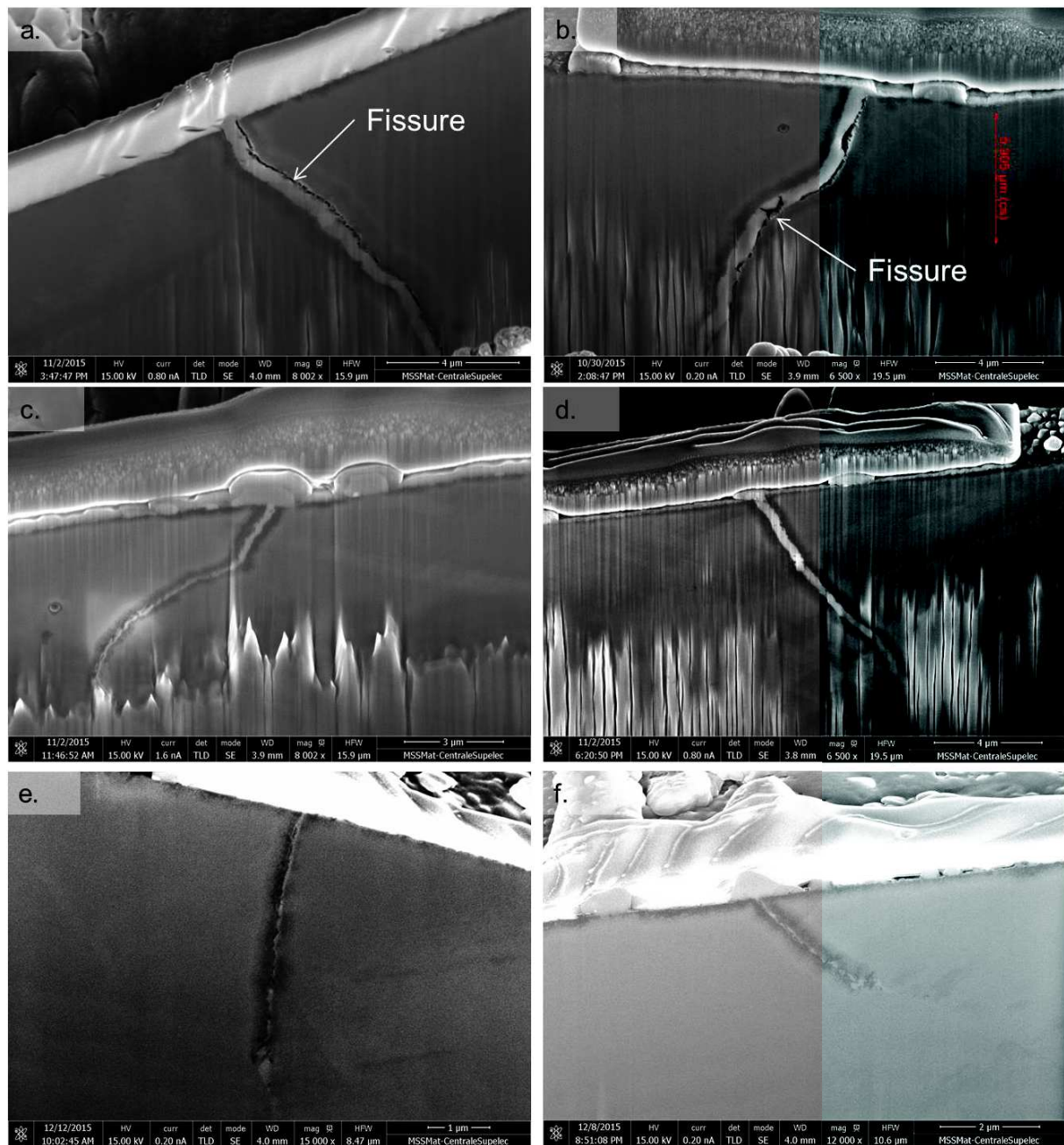


Figure IV-33 : Observations par MEB FIB en mode électrons secondaires des coupes de joints de grains Fd en (a.), Ff en (b.), Fp en (c.), t FI en (d.), Fa en (e.) et Fo en (f.)



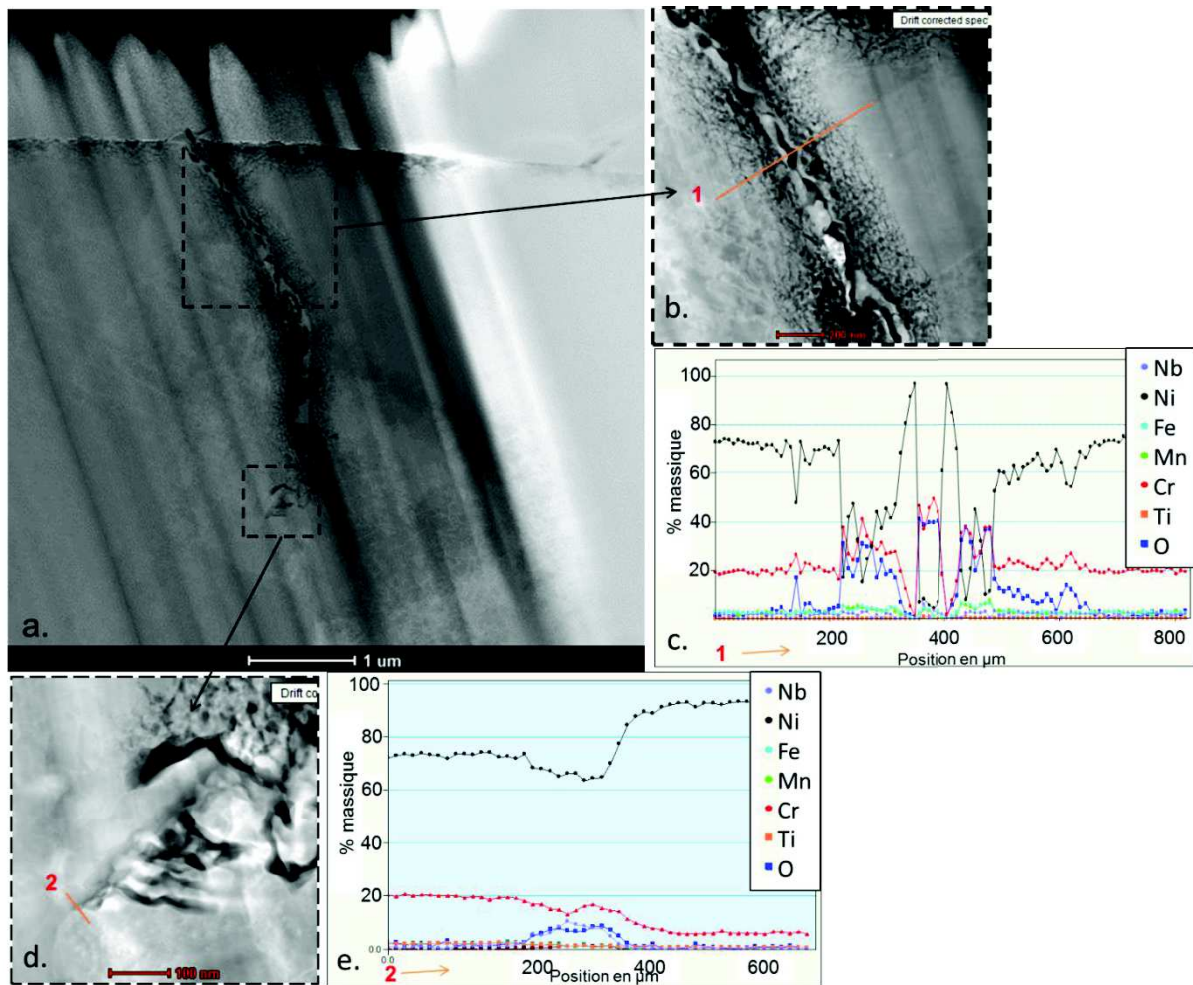


Figure IV-34 : (a.) Observation par MET en mode HAADF, après préparation FIB, de la pénétration d'oxyde du joint de grains noté Fme, (b.) agrandissement de la zone supérieure de la pénétration, (c.) profil EDX (1) de la pénétration, (d.) agrandissement de l'extrémité de la pénétration (e.) profil EDX (2), avec les pourcentages massiques des éléments

Ainsi trois catégories de joints de grains peuvent être établies : les joints de grains non fissurés (ne présentant qu'une pénétration d'oxyde), les joints de grains présentant des amorces avec une forte présence de nickel dans le joint sans décohésion visible et les joints de grains fissurés présentant une décohésion entre les deux grains. Ces trois catégories peuvent être représentées par trois couleurs différentes sur les graphiques précédents pour l'identification d'un critère d'amorçage de fissures par CSC. Les graphiques de la Figure IV-35 mettent en évidence que le paramètre associé à la contrainte normale ou celui associé à la différence de déformation pris de façon indépendante ne permet pas de différencier les cas fissurés de ceux qui ne le sont pas. Cependant, le paramètre associé à une valeur homogène à une énergie de cohésion du joint de grains semble être pertinent avec une valeur seuil estimée à 0,0058 qui permettrait de différencier les joints de grains non fissurés des joints de grains fissurés ou présentant un amorçage de fissures tel que défini précédemment. Cette valeur seuil a donc été diminuée par rapport à celle déterminée sur les graphiques de la Figure IV-29 en raison de la requalification des joints de grains étudiés.

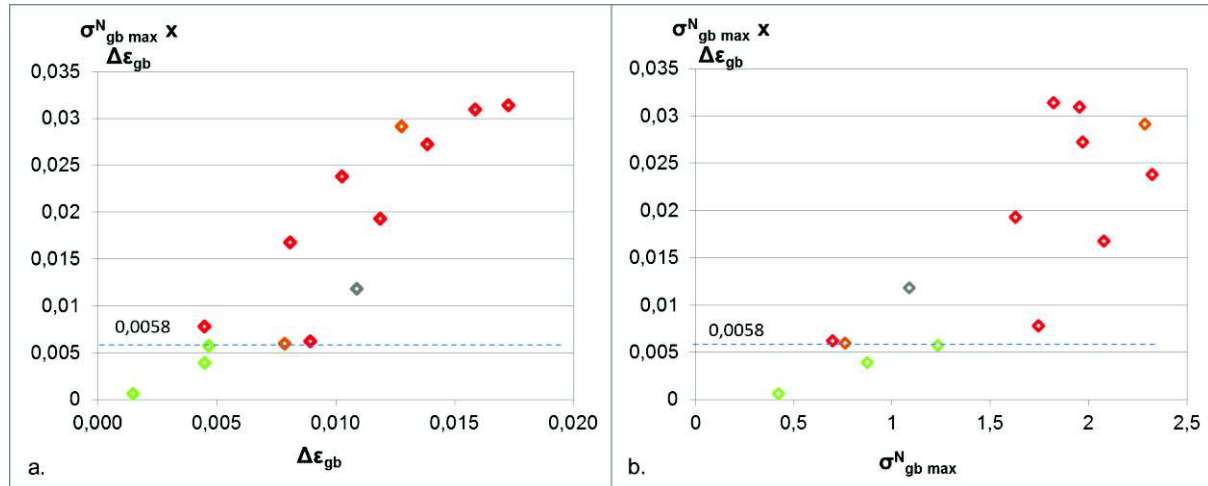


Figure IV-35 : Graphiques représentant le produit des contraintes normales maximales normalisées proches des joints de grains avec la différence de déformation en fonction (a.) de la différence de déformation et (b.) de la contrainte normale maximale normalisée ; joints de grains fissurés en rouge, les amorfes en orange, les pénétrations en vert et le joint de grains non vérifié est en gris

Par ailleurs, les images MEB de la Figure IV-33 montrent que les joints de grains ne sont pas strictement perpendiculaires à la sollicitation. Afin de vérifier l'influence de cette désorientation sur les résultats présentés précédemment et permettre, le cas échéant d'améliorer les prédictions, les contraintes normales au joint peuvent être déterminées. D'après la mesure de l'inclinaison du joint de grains après découpe par FIB (Tableau IV-5), la valeur réelle de la composante normale du tenseur des contraintes peut être évaluée ainsi :

$$\underline{\sigma}_r = \underline{T}_n \cdot \underline{n} = \sigma_{xx} \cos^2 \theta + 2\sigma_{xy} \sin \theta \cos \theta + \sigma_{yy} \sin^2 \theta$$

Où  $\underline{n}$  représente la normale au joint de grains et  $\underline{T}_n$  le vecteur contrainte suivant la direction  $n$  :

$$\underline{T}_n = \underline{\sigma} \cdot \underline{n} = \begin{pmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz} \\ \sigma_{yx} & \sigma_{yy} & \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} & \sigma_{zy} & \sigma_{zz} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \cos \theta \\ \sin \theta \\ 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sigma_{xx} \cos \theta + \sigma_{xy} \sin \theta \\ \sigma_{yx} \cos \theta + \sigma_{yy} \sin \theta \\ \sigma_{xz} \cos \theta + \sigma_{zy} \sin \theta \end{pmatrix}$$

Les valeurs des composantes normales associées à l'inclinaison du joint de grains sont reportées dans le Tableau IV-6. La fissuration semble se produire dans la majorité des cas pour les joints dont la contrainte normale locale à proximité du joint de grain dépasse la contrainte normale macroscopique, à l'exception des joints F7, F1 et Fa.

Les graphiques de la Figure IV-36 sont basés sur les résultats de la Figure IV-35, auxquels a été ajoutée la prise en compte de la contrainte normale maximale recalculée en tenant compte de l'inclinaison du joint de grains réelle dans le plan LS. Ces graphiques permettent d'estimer un domaine de « non fissuration » délimité par une énergie de cohésion (normalisée) de 0,0054 (valeur proche de celle trouvée précédemment), par une différence de déformation au niveau du joint de grains de 0,005 et une contrainte normale maximale au joint de grains 1,25 fois supérieure à la contrainte moyenne macroscopique.

Ces premiers résultats montrent qu'un critère associant une énergie de cohésion et un gradient de déformation permet de juger de la sensibilité respective des joints de grains dans l'Alliage 82. Cette démarche pourrait être approfondie notamment par une analyse systématique de tous les joints de grains fissurés et non fissurés sur l'ensemble des échantillons analysés.

		Contrainte normale max suivant T	Contrainte normale vraie max suivant l'inclinaison du joint de grains
F7 couple 2	Fissure	2,32	2,48
Fa	Pénétration	1,23	1,15
Fd	Fissure	0,70	0,71
Ff	Fissure	1,82	2,26
Fi	Amorce	0,76	0,86
Fo	Pénétration	0,87	0,40
Fp	Amorce	2,29	2,24
Fq	Fissure	1,74	1,66
Fme	Pénétration	0,48	0,46

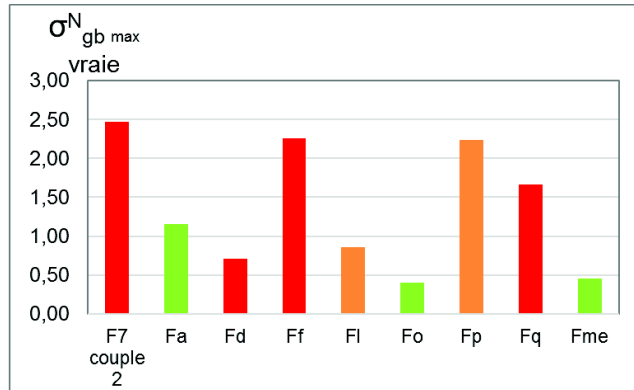


Tableau IV-6 : Contraintes normales maximales suivant la direction de sollicitation et contraintes maximales perpendiculaire au joint de grains (avec la prise en compte de l'inclinaison réelle mesurée au joint de grains), valeurs normalisées par la contrainte macroscopique à 12% de déformation

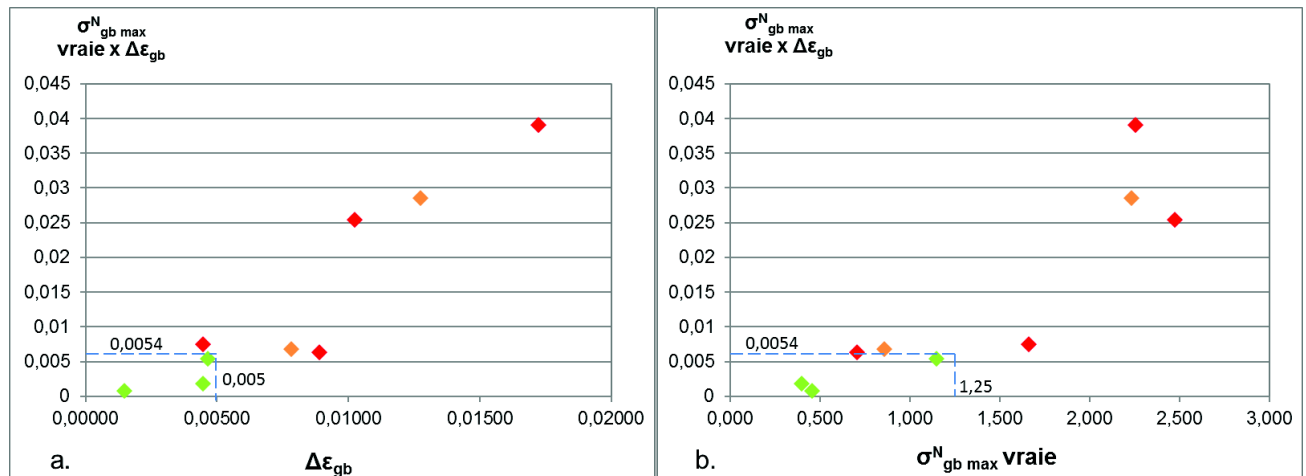


Figure IV-36 : Graphiques des produits des contraintes normales maximales normalisées mesurées aux joints de grains recalculés suivant l'inclinaison en profondeur du joint de grains avec la différence de déformation (a.) en fonction de la différence de déformation et (b.) en fonction de la contrainte normale maximale normalisée; joints de grains fissurés en rouge, les amorces en orange, les pénétrations en vert

## IV.5 Synthèse

L'étude du comportement mécanique de l'Alliage 82 a été réalisée dans le but de déterminer si un paramètre mécanique pouvait faire partie du critère d'amorçage de fissures en CSC. En effet, il a été vu dans la littérature qu'un critère en déformation locale avait une influence sur les profondeurs de pénétration d'oxyde et par conséquent sur la cohésion des joints de grains [Wehbi2014].

Les champs de déformation qui ont été mesurés en surface des éprouvettes U-bend sur les trois moules (A, B et B') à l'aide de CMV® ont mis en évidence des hétérogénéités de déformation au niveau de l'apex. Ces hétérogénéités de déformation ont été observées sur tous les moules et dans les deux plans de prélèvement (TL et TS) et présentent des valeurs inférieures et supérieures à la déformation macroscopique homogène de 12%. L'hétérogénéité de déformation est à la fois à l'échelle macroscopique avec une différence de valeur de déformation moyenne entre deux champs d'une même colonne et à l'échelle microscopique au sein d'un même champ. La déformation maximale suivant la direction de sollicitation peut atteindre localement 40% (sur une base de mesure de 22 μm). Les champs de déformation

n'ont toutefois pas révélé de différence significative entre les moules, ce qui implique qu'il n'y a pas d'effet du moule, ni du traitement thermique sur l'hétérogénéité. D'autre part, la localisation de la déformation se situe à la fois dans des zones intragranulaires et intergranulaires ainsi qu'indifféremment dans des zones de gros grains ou des clusters de petits grains. Il ne semble donc pas y avoir de lien entre la taille et les orientations cristallographiques des grains et la localisation de la déformation.

La corrélation des champs de déformation avec les amorces de fissures de CSC a révélé que les sites d'amorçage étaient majoritairement situés dans des zones de déformation plus élevées que la valeur macroscopique de 12%. Cependant, il a été montré que cette localisation de la déformation ne conduisait pas systématiquement à un amorçage de fissures puisque certaines fissures se situent dans des zones plus faiblement sollicitées et certaines zones fortement déformées ne présentent pas de fissures visibles en surface.

Les champs de déformation n'étant pas suffisants pour établir un critère d'amorçage de fissures de CSC dans les conditions d'essai données, une étude plus locale des contraintes et des déformations autour des joints de grains a donc été entreprise. Cette partie de l'étude a été réalisée à l'aide de simulations numériques par éléments finis de la suite Z-set® et sur des cas de joints de grains fissurés et non fissurés identifiés à partir d'observations de surface par MEB sur une éprouvette du moule B prélevée dans le sens TL. Une étude comparative des deux types de joints de grains (fissurés et non fissurés) est effectuée dans le but de déterminer des paramètres mécaniques influençant la sensibilité du joint de grains à l'amorçage de fissures de CSC.

Une loi cristalline de comportement élasto-viscoplastique de type Méric-Cailletaud a été identifiée pour les simulations numériques avec un écrouissage isotrope non linéaire et un écrouissage cinématique linéaire [Méric1991]. La géométrie choisie pour l'étude locale des contraintes au niveau du joint de grains est composée de deux grains de même taille autour d'un joint de grains qui ne présente pas de propriétés particulières. Toutefois, les orientations cristallographiques expérimentales des couples de grains étudiés ont été introduites dans le maillage des bi-cristaux. Pour cette géométrie, des hypothèses ont été établies notamment que le plan du joint de grains est normal à la sollicitation et qu'il n'y a pas d'effet de taille de grains.

Si l'application des conditions aux limites macroscopiques sur tous les bi-cristaux étudiés ne permet pas de dissocier les joints de grains fissurés de ceux qui ne le sont pas, une approche plus locale basée sur l'application des conditions aux limites expérimentales permet de mettre en évidence des différences de comportement au niveau des joints de grains avec des moyennes de contraintes normales maximales et des gradients de déformation aux joints de grains plus marqués dans le cas des joints de grains fissurés. Cependant, l'hypothèse de joint de grains perpendiculaire à la sollicitation s'avère parfois peu réaliste et limite donc notre interprétation. C'est pour cela que des prélèvements par MEB-FIB ont été réalisés sur les joints de grains étudiés. Les observations ont permis à la fois de requalifier des joints de grains non fissurés en amorces de fissure ou de fissurés, et de pouvoir recalculer les contraintes normales maximales en fonction de l'inclinaison du joint de grains. Enfin, la mise en place d'un critère liant contrainte normale maximale et différence de déformation semble être une voie à explorer, confirmant l'importance de l'énergie de cohésion du joint de grains. Toutefois, les valeurs seuils qui ont été identifiées ne prennent pas en compte l'effet de la chimie locale de l'alliage qui peut également varier suivant la nuance de l'alliage. De plus, il a été constaté précédemment que la précipitation des impuretés des moules A et B peut avoir pour effet de modifier la valeur seuil du paramètre qui est homogène à une énergie de cohésion du joint de grains (paramètre mécanique faisant intervenir la contrainte normale au joint de grains maximale avec la différence de déformation au niveau du joint de grains).





## Chapitre V Discussion générale

La Corrosion Sous Contrainte est une des principales sources de dégradation des alliages à base de nickel en milieu primaire des REP. Pour l'Alliage 600, le mécanisme à l'origine de ce phénomène est encore sujet à débat bien qu'il soit étudié depuis de nombreuses années. Dans le cas de l'Alliage 82 et, notamment, de son amorçage, les études sont plus récentes et de nombreux paramètres influencent sa sensibilité à la CSC [Pathania2002] [Vaillant2006]. C'est pour ces raisons que la littérature montre de fortes dispersions lors de l'étude de la vitesse de propagation [LeHong2001a] [EPRI2004].

Par ailleurs, les études sur la propagation de l'Alliage 82 ont mis en évidence une fissuration intergranulaire présentant un front de propagation discontinu composé d'amorces de fissures par CSC [Guerre2011]. La question qui se pose alors est « quels sont les paramètres qui sensibilisent certains joints de grains à l'amorçage de fissures par CSC ? ». Pour tenter de répondre à cette question, nous nous sommes intéressés dans cette étude à l'amorçage de fissures et notamment à l'influence de la microstructure et du comportement mécanique de l'Alliage 82 sur son comportement en CSC. Une approche globale a été utilisée puis une étude plus locale, au niveau des joints de grains, a été menée. Cette démarche a pour but d'identifier si un paramètre microstructural, associé ou non, à un paramètre mécanique permettrait d'expliquer la sensibilité à l'amorçage de fissures en CSC des joints de grains en répondant aux questions « où ? », « comment ? » et « pourquoi certains joints de grains sont plus sensibles que d'autres ? ». La méthodologie s'est alors inspirée de celles proposées par Couvant *et al.* [Couvant2011], Wehbi [Wehbi2014] et Le Millier *et al.* [LeMillier2014] décrites dans le chapitre bibliographique. Elles associent l'étude de paramètres microstructuraux en interaction avec le comportement mécanique vis-à-vis de l'amorçage de fissures par CSC.

La microstructure a donc été caractérisée en termes de morphologie, de cristallographie et de répartition des hétérogénéités d'espèces chimiques au sein des passes. Les champs de déformation ont été mesurés expérimentalement, et les contraintes ont été calculées au niveau des joints de grains à l'aide de simulations numériques réalisées à partir de données expérimentales d'une éprouvette fissurée du moule B (procédé de soudage GTAW et moyennes teneurs en carbone et en chrome).

Le Tableau V-1 présente une synthèse des principaux résultats et observations. En s'appuyant sur ce tableau, la discussion porte, dans un premier temps, sur les résultats d'amorçage par CSC des différents moules étudiés, suivie d'une analyse comparative à l'état de soudage des caractéristiques des moules vis-à-vis de la CSC. Une discussion de l'effet du traitement thermique sur les propriétés des moules et sur leur résistance à l'amorçage de fissures par CSC est également abordée. Enfin, une proposition de paramètres qui pourraient faire partie du critère d'amorçage de fissures par CSC dans l'Alliage 82 fait l'objet de la dernière partie de la discussion.

		Comportement en CSC	Microstructure				Comportement mécanique		Paramètres liés à l'amorçage
			Morphologie des grains	Orientations cristallographiques	Répartition chimique/ précipitation	Joints de grains / pénétration	Déformation	Contraintes	
Moule A	avec microgrilles	<b>Très sensible</b> 5/5 U-bend fissurées	Taille de grains hétérogène  Certains grains millimétriques	<b>Texture cristallographique</b> à la fois isotrope transverse et cubique avec les directions <100> parallèles à l'axe S (de croissance des dendrites)  Présence de clusters de petits grains (aire < 50000 µm²)	<b>Précipitation plus élevée</b> d'aluminium, titane et soufre en <b>pieds de passes de soudage</b> <b>Précipitation intragranulaire</b> de précipités sphériques NbC et de précipités "core-shell" de (Ti, Al, Mn) <b>Précipitation intergranulaire</b> de NbC nanométrique <b>Pas de ségrégation de soufre</b> aux joints de grains	non observé	<b>Déformation hétérogène</b>  <b>Localisation de la déformation</b> sans lien avec les orientations cristallographiques et les tailles de grains	non étudié	Paramètres sensibilisant le joint de grains : - Pieds de passes de soudage plus sensibles à l'amorçage de fissures car présence de plus d'impuretés donc statistiquement plus d'impuretés au niveau des joints de grains - Présence d'au moins un grain sur deux avec une aire <50 000 µm²
	sans microgrilles	<b>Très sensible</b> 3/3 U-bend fissurées	Grains fortement allongés dans le sens TS et plus équiaxes dans le sens TL	Présence de zones avec des petits grains avec des orientations cristallographiques dont les directions <110> et <111> sont parallèles à l'axe S		non observé		non étudié	
Moule B	avec microgrilles	<b>Sensible</b> 2/3 U-bend fissurées	Taille de grains hétérogène  Certains grains millimétriques  Grains allongés dans le sens TS et plus équiaxes dans le sens TL	<b>Pas de texture globale</b>  <b>Textures locales</b> avec des orientations cristallographiques isotrope transverse et cubique  Présence de clusters de petits grains (aire < 50000 µm²)	<b>Légère agmentation de la précipitation en pieds de passes de soudage</b> et fraction surfacique d'aluminium, titane plus faible que le Moule A <b>Précipitation intragranulaire</b> de précipités sphériques NbC et de précipités "core-shell" de (Ti, Al, Mn) <b>Précipitation intergranulaire</b> de NbC nanométrique et micrométrique, plus élevée que le Moule A <b>Pas de soufre</b>	Longueur de pénétration moyenne de 3,9 µm Présence de nickel pur dans les joints de grains		Contrainte macroscopique pas représentative du comportement mécanique expérimental Contraintes expérimentales tendent vers une séparation de cas de joint de grains avec la contrainte normale maximale ajustée suivant l'angle d'inclinaison des joints de grains associée à la différence de déformation à une valeur seuil de 0,0065	Paramètres sensibilisant le joint de grains : - Légère augmentation de la quantité d'impureté dans les pieds de passes de soudage (tendance à confirmer) - Profondeur de pénétration > 7 µm avec une largeur de joint de grains > 700 nm et une épaisseur de nickel pur dans le joint de grains > 150 nm - Energie de cohésion du joint de grain (différence de déformation associée à la contrainte normale maximale vraie) > 0,0054 - Présence d'au moins un des deux grains avec une aire inférieure à 50000 µm²
	sans microgrilles	<b>Pas sensible</b> 0/6 U-bend fissurée				longueur de pénétration < 1,5 µm		non étudié	
Moule B'	avec microgrilles	<b>Peu sensible</b> 1/3 U-bend fissurée (une seule fissure de 80 µm)	Taille de grains hétérogène  Tailles moyennes des grains plus faibles dans les deux plans de prélèvement par rapport aux tailles de grains du Moule B et très peu de modification de la morphologie	<b>Pas de texture globale</b>  <b>Textures locales</b> avec des orientations cristallographiques isotrope transverse et cubique de plus faibles intensités que celles observées sur le Moule B	Fraction surfacique de précipités d'aluminium, de titane et de soufre plus élevée que le Moule B <b>Légère agmentation de la précipitation</b> en pieds de passes de soudage <b>Précipitation intragranulaire</b> de précipités sphériques NbC et de précipités "core-shell" de (Ti, Al, Mn) <b>Précipitation intergranulaire</b> de NbC nanométrique et micrométrique, et de <b>carbure de chrome Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub></b>	Longueur de pénétration moyenne de 4,98 µm Présence de nickel pur dans les joints de grains Moins de pénétration d'oxyde que le Moule B		non étudié	Formation de carbures de chrome au niveau des joints de grains diminue la sensibilité de l'Alliage 82 à l'amorçage de fissures par CSC Légère augmentation de la quantité d'impuretés dans les pieds de passes de soudage
	sans microgrilles	<b>Pas sensible</b> 0/6 U-bend fissurée				non observé		non étudié	

Tableau V-1 : Synthèse des résultats

## V.1 Sensibilité à l'amorçage de l'Alliage 82 en vapeur hydrogénée

L'Alliage 82 étudié est sensible à l'amorçage de fissures par CSC en milieu vapeur d'eau à 400°C avec une pression partielle de 0,7 bar. Les temps à l'amorçage des différents moules sont entre 500h et 1500h pour les moules A et B et entre 1500h et 2500h pour le moule B' d'après les observations en surface des éprouvettes U-bend par MEB.

L'amorçage des fissures de CSC dans l'Alliage 82 est un phénomène thermiquement activé. L'énergie d'activation apparente pour l'amorçage est d'environ 185 kJ/mol d'après [Economy1987] [Jacko2003] [Hanninen2009] : le temps d'amorçage en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C serait 8 fois plus court par rapport à un essai d'amorçage conduit en milieu primaire simulé REP à 360°C. L'extrapolation de nos résultats à 360°C donne un temps à l'amorçage compris entre environ 4000h et 12000h.

Les temps à l'amorçage mesurés dans cette étude sont moins courts que ceux présentés dans les travaux de Buisine *et al.* [Buisine1994] sur des éprouvettes U-bend en Alliage 82 avec 18% massique de chrome. En effet, leurs travaux sur des éprouvettes U-bend (12,5% de déformation à l'apex) ont mis en évidence des temps à l'amorçage à partir de 50 heures d'exposition en milieu vapeur d'eau à 400°C, 200 bar de pression totale, 0,8 bar de pression partielle d'hydrogène, contenant également des sulfates, chlorures et fluorures. Cette différence peut être expliquée par la présence des polluants qui accélèrent l'amorçage des fissures de CSC.

Toutefois, une différence de comportement est observée entre les éprouvettes U-bend recouvertes de microgrilles d'or et celles qui ne le sont pas. En effet, la majorité des éprouvettes qui ont fissuré sont celles recouvertes de microgrilles d'or. Les raisons de cette différence ont été recherchées. L'analyse des cristallites en surface ne montre pas de différences significatives entre les deux types d'éprouvettes. En effet, dans les deux cas, il s'agit de particules de nickel pur. Dans la littérature [Panter2006] [Marchetti2010] [Chaumun2012], les cristallites des couches d'oxydes externes formées sur les alliages à base de nickel sont constituées de spinelles riches en fer et en nickel. La nature chimique des cristallites pourrait dépendre du milieu d'essai et de sa température notamment. En revanche, la sensibilité plus élevée des éprouvettes recouvertes de microgrilles d'or ne s'explique pas par la nature des cristallites. Toutefois, la répartition et la quantité de cristallites de nickel est modifiée par la présence des microgrilles.

Dans la littérature, la modification de la couche externe de l'oxyde de surface est le plus souvent attribuée au milieu. Cependant pour confirmer la modification de la nature de la couche d'oxyde formée sur les éprouvettes U-bend en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C, la couche interne de l'oxyde doit être observée, caractérisée et comparée à celle observée sur les coupons immergés en milieux similaires. Par ailleurs, la sensibilité plus élevée des éprouvettes avec des microgrilles d'or semble être tout de même liée à la présence de ces microgrilles d'or qui accélèrent le mécanisme de CSC. L'hypothèse est que ces microgrilles d'or pourraient conduire à la formation en surface de micro-piles composées de l'Alliage 82 sous-jacent et de cristallites de nickel pur. Ces micro-piles, en modifiant les conditions électrochimiques en surface, pourraient accélérer l'amorçage de fissures de CSC. Il est à noter que la cinétique d'oxydation intergranulaire est aussi accélérée sur les éprouvettes équipées de microgrilles d'or par rapport à celles qui n'en ont pas. En effet, les deux types d'éprouvettes (avec et sans microgrilles) ont présenté des pénétrations d'oxyde mais avec une taille plus faible dans le cas des éprouvettes sans microgrilles. Toutefois, cette hypothèse est à vérifier car la nature du milieu dans le phénomène électrochimique est important, or dans cette étude le milieu est de la vapeur d'eau hydrogénée ce qui n'est pas un milieu favorable pour les échanges électrochimiques.



Les temps à l'amorçage des éprouvettes U-bend avec microgrilles sont compris entre 500 h et 1500 h. Les éprouvettes U-bend sans microgrilles présentent, pour le moule A, le même temps à l'amorçage. D'après les observations faites au MEB, les moules B et B' ne présentent pas d'amorçage de fissures en surface.

Par ailleurs, les observations en coupe des éprouvettes U-bend avec microgrilles ont mis en évidence un nombre d'amorces de fissures plus élevé que ce qui est détecté en surface par MEB. Ces amorces sont caractérisées par la présence de nickel et d'oxyde de chrome dans le joint de grains.

Par conséquent, des observations complémentaires par MEB-FIB, comparées aux observations en surface au MEB et couplées à des analyses EDX au MET sur des lames FIB, ont été réalisées sur plusieurs joints de grains d'une éprouvette du moule B. Ces différentes méthodes d'analyse ont permis de classer les joints selon trois catégories :

- Pénétrations d'oxyde intergranulaire (Figure V-1 (a.)) caractérisées par une longueur inférieure à 7  $\mu\text{m}$ , une épaisseur inférieure à 700 nm composée d'une faible présence de nickel pur (couche non continue < 150 nm) et d'une couche d'oxyde riche en chrome associée à des canaux d'oxyde de chrome dans les grains adjacents. La pointe de ce type de pénétration n'a pu être caractérisée toutefois certaines observations ont montré un oxyde riche en chrome et en niobium ou bien un oxyde riche en chrome autour d'un carbure de niobium,
- Les amorces de fissures caractérisées, dans notre étude, par une épaisseur d'oxyde supérieure à 700 nm composé d'une couche continue d'oxyde de chrome et des canaux d'oxyde associés de part et d'autre du nickel pur au centre du joint d'une épaisseur supérieure à 150 nm (Figure V-1 (b.)) sans discontinuité entre les deux grains,
- Les joints de grains qui avaient été identifiés comme fissurés lors des observations en surface par MEB (Figure V-2 (a.)) ainsi que les joints de grains observés par MEB-FIB qui présentaient des décohésions au niveau de l'interface entre le nickel pur et l'oxyde riche en chrome (Figure V-2 (b.)). En surface, la fissure peut être partiellement masquée par des cristallites de nickel pur.

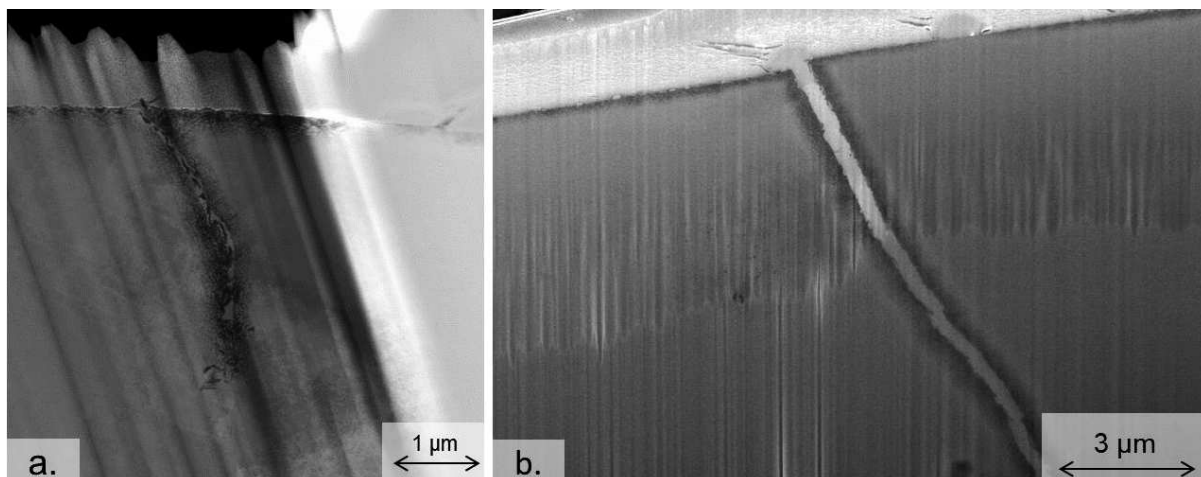


Figure V-1 : (a.) Observation au MET en mode STEM-HAADF de la pénétration dans le joint de grains Fme et (b.) observation par MEB d'une coupe du joint de grains FI en mode électrons secondaires (l'éprouvette EP921 prélevée dans le plan TL du moule B)

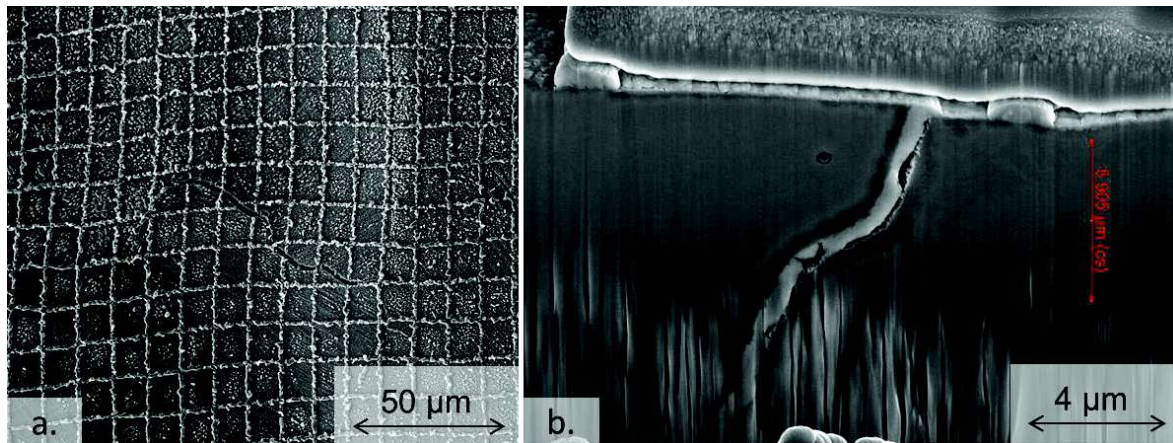


Figure V-2 : (a.) Observation en surface par MEB d'une fissure et (b.) par MEB en mode électrons secondaires d'une coupe du joint de grains Ff (éprouvette EP921 prélevée dans le plan TL du moule B)

L'oxydation des joints de grains est connue pour les alliages soudés à base de nickel [Wehbi2014]. Il s'agit d'un oxyde riche en chrome. De plus, une couche continue d'oxyde associé à des canaux d'oxydes (Figure V-3) a également été observée dans la littérature [Couvant2011] [Xie2015].

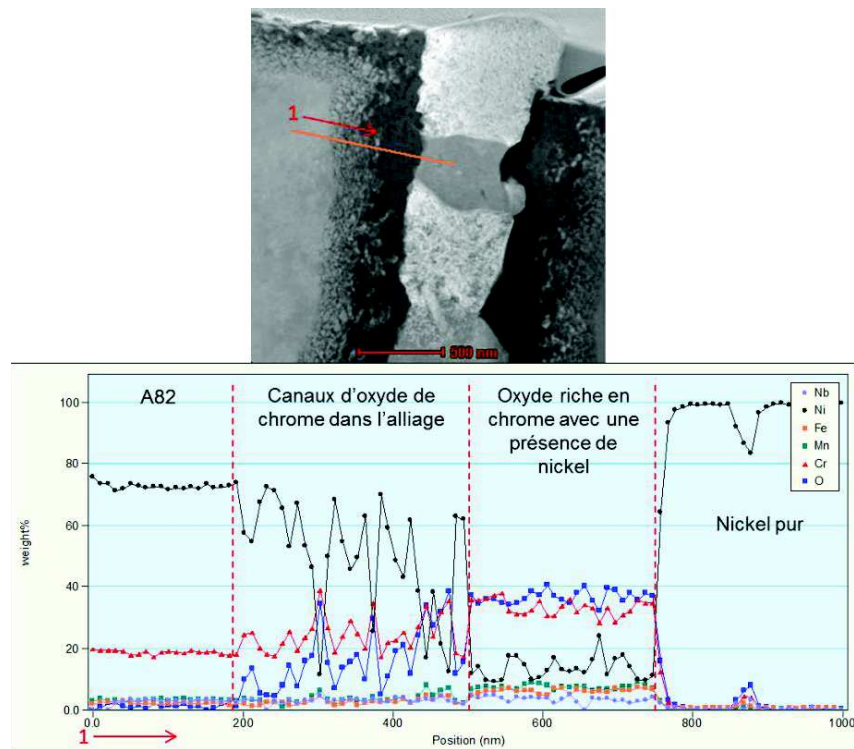


Figure V-3 : Observation au MET en mode HAADF de la pénétration pour le joint de grains fissuré Ff et profil de composition chimique par analyse EDX partant de l'alliage jusqu'au nickel pur à l'intérieur du joint de grains

Cependant, la présence de nickel pur dans le joint de grains est atypique. La couche de nickel métallique dans le joint de grains peut se former dans notre milieu soit par re-déposition soit par transport à partir du substrat. Laghoutaris [Laghoutaris2009] et Xie *et al.* [Xie2015] ont mis en évidence la croissance de cristallites d'oxyde riche en nickel et légèrement en fer et en chrome sur la surface libre exposée au milieu par l'ouverture du joint de grains. D'autres auteurs ont observé du nickel pur dans les joints de grains d'un Alliage 600 [Bertali2015]. Il s'agissait de coupons immergés à 480°C dans un milieu de vapeur d'eau à faible pression. D'après l'auteur, ces zones s'étaient formées par un appauvrissement en chrome de l'alliage

à proximité des nodules d'oxyde de chrome. Elles correspondaient à des grains dé-alliés de l'alliage. La question de la stabilité thermodynamique du nickel et de l'oxyde de nickel dans les conditions testées et dans celles de l'étude de [Bertali2015] se pose. D'après les résultats de Cassagne *et al.* [Cassagne1997], la limite de stabilité du nickel pour les alliages à base de nickel en vapeur d'eau à 400°C serait de 0,35 bar d'hydrogène dissous, soit bien en dessous de la pression partielle d'hydrogène introduite dans nos conditions qui est de 0,7 bar. Dans les deux cas, les conditions de température et de pression partielle d'hydrogène ne correspondent pas au domaine de stabilité du NiO. Cela ne signifie pas pour autant que le nickel métallique soit stable, en effet, tous les autres oxydes contenant du nickel sont stables dans ces conditions. Le nickel devrait donc, d'après les calculs thermodynamiques, s'oxyder en spinelle. Toutefois, ces résultats sont à nuancer par le fait que les calculs reportés par [Cassagne1997] sont réalisés pour un alliage modèle du 600 et sans tenir compte de la pression totale du milieu. Les oxydes stables thermodynamiquement ne sont donc pas connus précisément. Deux hypothèses sont donc envisageables : le nickel se forme par re-déposition (diffusion du nickel vers une surface libre) ou par dé-chromisation de l'alliage, la force motrice serait dans les deux cas la formation de l'oxyde riche en chrome. Ces caractérisations en coupe ayant été réalisées tardivement dans le travail de thèse, il n'a pas été réalisé d'expérimentations ni de calculs pour en expliquer la formation. La présence de nickel pur étant assez systématique dans le cas de cette étude, il serait intéressant de faire des calculs thermodynamiques pour étudier la stabilité des différents oxydes et de vérifier sur des coupons s'ils se forment en l'absence de contraintes, en l'absence d'or et pour quels états de surface.

Cependant, la compréhension de la différence de comportement entre les éprouvettes recouvertes de microgrilles d'or et celles qui n'en ont pas, nous a poussé à explorer les effets des différentes étapes de préparation de surface. Des éprouvettes U-bend ont donc été spécialement préparées avec une ou plusieurs des étapes utilisées pour le dépôt des microgrilles et pour les analyses EBSD. Il s'agit notamment du polissage électrolytique, du passage de l'éprouvette sous le faisceau d'électrons lors de l'analyse EBSD ou l'effet d'une des étapes du protocole de dépôt des microgrilles (Tableau V-2). Aucune des éprouvettes n'est recouverte d'or. Il s'agit donc de vérifier si une modification de la surface est observée à la suite d'une de ces étapes, et ce en l'absence du dépôt d'or. Ces éprouvettes ont ensuite été testées en vapeur d'eau hydrogénée à 400°C. Après 1000h d'essai, une seule éprouvette U-bend du moule A a fissuré. Il s'agit de celle où les étapes suivantes avaient été appliquées : moitié supérieure avec le polissage 1 µm suivi d'un polissage électrolytique, de l'analyse EBSD puis polie 1 µm, et la moitié inférieure avec le polissage 1 µm suivi d'un polissage électrolytique puis polie 1 µm (Tableau V-2). Les trois fissures par CSC observées se localisent à la frontière entre les surfaces préparées différemment au niveau de l'apex. Il n'a donc, à ce jour, pas pu être établi si une des étapes de la préparation des éprouvettes U-bend sensibilise le matériau à la CSC. Ce résultat conduit alors à l'hypothèse que le dépôt d'or est responsable de l'accélération de l'amorçage de CSC.

n° éprouvette	Moule	Etat métallurgique	Préparation de surface	Nb de fissures après 1000 h d'essai d'amorçage
1673	A	BS	Référence : poli 1µm	0
1665	B			0
1674	A		polissage 1 µm + polissage électrolytique	0
1666	B			0
1675	A		polissage 1µm+ protocole de dépôt des microgrilles (sans or)	0
1667	B			0
1676	A		moitié sup : polissage 1µm + polissage électrolytique + analyse EBSD + polissage 1µm	3
1668	B		moitié inf : polissage 1µm + polissage électrolytique + polissage 1µm	0

Tableau V-2 : Protocoles de préparation et résultats de l'essai d'amorçage après 1000 h visant à tester les différentes étapes de préparation des éprouvettes U-bend avec microgrilles



Quoi qu'il en soit, cette étude a permis de quantifier la sensibilité des joints de grains à l'amorçage de fissures par CSC, en mettant en évidence un effet du caractère du joint de grains (nature du joint de grains, HAGB ou CSL par exemple), de sa cinétique d'oxydation (en présence ou non de précipités), des champs mécaniques locaux (rôle de la différence de déformation et de l'état de contrainte local) et l'effet de l'orientation géométrique du joint de grains sur la valeur de la contrainte normale en vue d'estimer un critère de fissuration. La suite de ce chapitre revient sur certains points.

#### ❖ Synthèse des résultats

Tout d'abord, les résultats des essais d'amorçage ont confirmé l'amorçage de fissures par CSC selon un mode intergranulaire et suivant le mode I, soit lorsque les joints de grains sont perpendiculaires à l'axe de sollicitation macroscopique [Scott2005] [Vaillant2006]. Le paramètre suivant est celui de la nature du joint de grains qui est plus favorable à l'amorçage lorsque celui-ci est général par rapport aux joints de grains spéciaux qui bien que moins nombreux dans les microstructures étudiées ont tout de même fissuré à un taux de 4,5% sur l'ensemble des joints de grains fissurés. Ce paramètre est en accord avec la littérature [Alexandrescu2005] [Wehbi2014] et il montre que les joints de grains généraux sont plus sensibles à la CSC en mode I de sollicitation que les joints de grains spéciaux (CSL).

La microstructure des moules a été étudiée quantitativement par MEB et par EBSD. Les conclusions sont semblables à celles de la littérature. En effet, les grains sont colonnaires et composés de paquets de dendrites faiblement désorientées les unes par rapport aux autres [Vaillant2006] [Couvant2011]. La morphologie des grains des soudures de l'étude est fortement anisotrope avec un allongement privilégié dans la direction S et une morphologie plus équiaxe dans le plan TL. Les matériaux sont texturés avec les directions  $\langle 100 \rangle$  de la structure CFC parallèles à l'axe S, direction de solidification. Cette texture est observable à l'échelle macroscopique dans le cas du moule A et à une échelle plus locale pour le moule B.

Il a été observé, dans la littérature que le plan de prélèvement TS présentait des vitesses de propagation de fissures plus élevées que les éprouvettes prélevées dans le plan TL. Toutefois, Scott *et al.* [Scott2005] ont montré que les éprouvettes prélevées dans le plan TL étaient plus sensibles à l'amorçage de fissures de CSC par rapport aux éprouvettes prélevées dans le plan TS. Ceci est relié aux paramètres morphologiques de la microstructure et plus particulièrement des joints de grains. En effet, dans le plan TL les joints de grains sont plus courts et la morphologie des grains conduit à des fissures plus profondes que longues contrairement au plan TS qui conduit à des fissures plus longues que profondes. Par ailleurs, la morphologie des joints de grains dans chaque plan de prélèvement conduit à une quantité plus élevée de joints de grains perpendiculaires à la direction de sollicitation dans le cas du plan TL ce qui peut alors augmenter la probabilité d'amorçage. Bien que la taille moyenne et le pourcentage des joints de grains perpendiculaires à la sollicitation soient plus élevés dans le plan TS que dans le plan TL, les essais d'amorçage de cette étude ont mis en évidence que les éprouvettes prélevées dans le plan TL étaient plus favorables à l'amorçage de fissures avec une quantité d'amorçage plus élevé.

Concernant l'influence de l'état de surface, il semblerait que, toutes autres conditions de préparation égales par ailleurs, il n'y ait pas de différence notable entre l'état de surface poli 1  $\mu\text{m}$  et l'état de surface grenailé. En revanche, une différence a été observée entre les éprouvettes présentant une finition à la pâte diamantée de 1  $\mu\text{m}$  et celles avec une finition à l'OPS. De plus, un effet du trajet de chargement a pu être mis en évidence avec une sensibilité plus marquée pour un trajet complexe (2 étapes de déformation) vis-à-vis d'un trajet direct (1 étape de déformation). Ces observations sont également en accord avec la littérature qui montre que la sensibilité à l'amorçage augmente avec le taux d'écrouissage en surface [LeHong2001b].

Les mesures de champs cinématiques n'ont, en revanche, pas permis d'établir une corrélation entre la localisation des fissures et la localisation des déformations locales maximales à



l'échelle de la microstructure ou encore les gradients de déformation autour des joints de grains.

## **V.2 Comparaison du comportement en amorçage entre les moules, effet du procédé et/ou de la composition chimique**

Comme cela a été décrit dans le Chapitre II, le métal d'apport ainsi que le procédé de soudage utilisé pour la fabrication du moule B sont différents de celui du moule A. Il est connu dans la littérature, notamment en ce qui concerne les paramètres techniques du procédé de soudage, que ces derniers peuvent affecter la microstructure des cordons de soudure [Cazes1995]. Si, dans les deux cas, les microstructures sont constituées de grains colonnaires composés de paquets de dendrites faiblement désorientés les uns par rapport aux autres avec une taille de grains millimétriques, des différences en termes de morphologie (facteurs de forme et taille de grains moyenne) et d'orientations cristallographiques ont été constatées comme l'a mis en évidence la Figure II-19. Ces différences sont en accord avec les résultats de Robin [Robin2009] notamment en ce qui concerne l'allongement des grains avec l'augmentation de la vitesse d'avance du cordon de soudure. En effet, la vitesse d'avance pour le procédé de soudage FCAW utilisé pour le moule A (30 cm/min) est trois fois plus rapide que pour le procédé GTAW (10 cm/min) [Cazes1995] [Robin2009]. Des paramètres de soudage résultent alors une microstructure du moule A plus anisotrope que celle du moule B, avec un facteur de forme plus marqué dans le plan de prélèvement TS vis-à-vis du plan de prélèvement TL. De même, une texture cristallographique avec les directions  $\langle 100 \rangle$  parallèles à l'axe S a été mise en évidence dans le moule A tandis qu'uniquement des « sous-zones » locales présentant une texture marquée avec les directions  $\langle 100 \rangle$  parallèles à S sont observées pour le moule B.

Par ailleurs, nous avons constaté que la précipitation n'était pas strictement identique pour les trois soudures :

- la précipitation intragranulaire est identique pour les deux moules bruts de soudage. Elle est composée de carbures de niobium (NbC) de forme irrégulière et de précipités de NbC avec un cœur en (Ti, Al, Mn)O et de NbC micrométriques,
- la précipitation intergranulaire est composée de NbC nanométriques dans le moule A, qui sont à la fois nanométriques et micrométriques dans le moule B avec une densité de précipitation plus élevée dans ce dernier,
- la précipitation du moule B' est identique à celle observée sur le moule B avec la précipitation supplémentaire de carbures de chrome ( $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ ) intergranulaires.

La précipitation plus importante de carbures de niobium dans le moule B peut être expliquée par la teneur plus élevée en carbone dans ce moule (0,025%) par rapport au moule A (0,014%). Des précipités de même nature ont également été observés par Vaillant *et al.* [Vaillant2006] comme le montre la comparaison des Figure II-21, Figure II-22 et Figure II-23 avec la Figure V-4 ci-dessous.

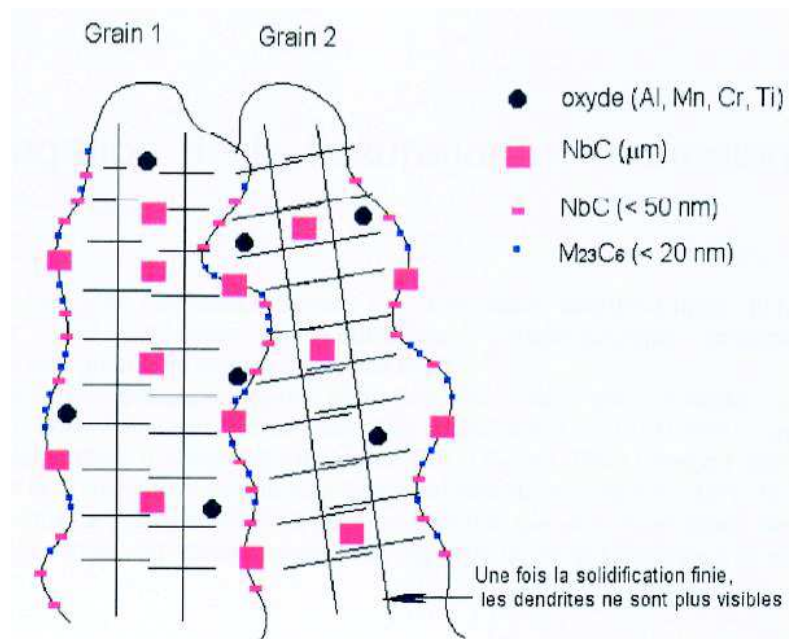


Figure V-4 : Schéma de la précipitation dans l'Alliage 82 par Vaillant et al. [Vaillant2006]

De la quantité de précipités intergranulaires (taux de couverture du joint de grains par les précipités) et leur nature peut dépendre la cinétique d'oxydation du joint de grains et sa résistance à la CSC. C'est ce qui a été montré par Wehbi [Wehbi2014] dans le cas de l'Alliage 82 et par Laghoutaris [Laghoutaris2009] dans le cas de l'Alliage 600. On peut donc supposer que plus la teneur en carbone est élevée et meilleure sera la teneur à la CSC. Cette conclusion est corroborée par les observations de Was [Was1992] et Mullen *et al.* [Mullen1992] sur l'observation de la diminution du taux d'amorçage avec l'augmentation de la teneur en carbone dans l'Alliage 82.

L'effet du traitement thermique qui a été observé dans cette étude permet de confirmer l'influence de la précipitation aux joints de grains sur leur sensibilité en CSC. Le traitement thermique est, à l'origine, utilisé pour détensionner les composants adjacents des liaisons bi-métalliques [Hanninen2006]. Toutefois, il a été observé que celui-ci avait une influence bénéfique sur le comportement des soudures en alliage à base de nickel [EPRI2004] [Vaillant2006]. Comme il a été vu dans le Chapitre III, le traitement thermique de 7h à 600°C favorise la formation de carbures de chrome  $Cr_{23}C_6$  intergranulaires (Figure III-29). Cependant, nous avons constaté que le traitement thermique imposé dans cette étude n'aboutissait pas au même taux de précipitation dans les différents moules, A et B. Cette différence a été rapprochée au fait que le taux de carbone dans les moules A et B était différent, avec un facteur 2 entre les teneurs au profit du moule B. Cet effet bénéfique du traitement thermique a pu être mis en évidence à travers l'étude des éprouvettes U-bend, issues des moules B et B', équipées de microgrilles. En effet, le temps à l'amorçage de l'éprouvette fissurée du moule B' est compris entre 1500h et 2500h, ce qui est à minima 1000h de plus que les éprouvettes issues du moule B qui présentent un temps à l'amorçage compris entre 500h et 1500h. De plus, une seule fissure a été observée par MEB sur une éprouvette prélevée dans le plan TL du moule B'. Cependant, les éprouvettes U-bend sans microgrilles prélevées dans les moules B et B' n'ont pas présenté de fissures après 3500 h d'essai, permettant de mettre en évidence l'effet accélérateur des microgrilles vis-à-vis de la fissuration mais aussi sur les profondeurs des pénétrations d'oxyde (Chapitre III). Il semblerait tout de même que la présence des carbures de chrome intergranulaires limiterait la pénétration d'oxyde et donc la sensibilité des joints de grains à la CSC.

Mais d'autres éléments d'addition sont présents dans nos cordons de soudure, conséquence du procédé de soudage retenu ou du métal d'apport utilisé. Des analyses réalisées par microsonde de Castaing et par SIMS ont mis en évidence une précipitation intragranulaire de

composés enrichis en soufre, en aluminium et titane comme l'a montré les Figure III-31 et Figure III-32. Notons, là aussi, les différences entre moules, avec le moule A qui contient plus de soufre et moins de titane que le moule B. De plus, nous avons pu mettre en évidence que la répartition de ces précipités est hétérogène au sein d'un même moule et corrélée avec les passes de soudage, et plus particulièrement avec une précipitation préférentielle en pieds de passe (zone de re-fusion). Cette hétérogénéité de répartition des précipités intragranulaires n'a, toutefois, pas pu être corrélée à une hétérogénéité de ségrégation de ces espèces chimiques (tout particulièrement le soufre) sur les joints de grains. Ceci aurait pu expliquer la sensibilité de ces derniers à la CSC plus particulièrement observée dans les pieds de passes du moule A. Un tel effet des ségrégations sur le comportement en CSC a déjà été rapporté dans la littérature [Peng2013]. Cette hétérogénéité de distribution peut être corrélée aux paramètres de soudage (vitesse de dépôt, de solidification, flux de matière), conditionnant l'obtention du bain de fusion [David2003] [Kou2003]. Il a également été observé des clusters de petits grains d'orientations cristallographiques aléatoires en lien avec les pieds de passes de soudage. Leur présence serait due à une recristallisation [Young2003] ou à la formation de nouveaux grains favorisée par la présence des impuretés en pieds de passes de soudage (Chapitre III). Toutefois, ces zones de clusters ne sont pas présentes dans tous les pieds de passes et il a été observé que l'augmentation de la précipitation intragranulaire dans les pieds de passes par rapport aux milieux de passes n'était pas liée à la morphologie et aux orientations cristallographiques des grains présents. Cette augmentation de la précipitation intragranulaire dans les espaces interdendritiques en pieds de passes suggère toutefois une augmentation de la présence des impuretés (aluminium, titane et surtout de soufre) au niveau des joints de grains ce qui aurait une conséquence néfaste sur la cohésion des joints de grains en CSC.

Afin de vérifier l'hypothèse des joints de grains plus sensibles en pieds de passes de soudage, des essais d'amorçage ont été réalisés mettant en jeu des éprouvettes prélevées au sein du moule A dans le plan TL et où la zone de l'apex a été volontairement positionnée soit en milieu soit en pied de passes de soudage. Ces essais, conduits en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C pendant 1500h, ont permis de mettre en évidence la sensibilité préférentielle des zones pour lesquelles l'apex coïncidait avec un pied de passes au contraire des milieux de passes qui n'ont pas fissuré. Dans la littérature, des zones de clusters avaient également été recensées sur les matériaux étudiés par Young *et al.* [Young2003] mais elles n'avaient pas été caractérisées du point de vue de leur cristallographie. Young *et al.* [Young2003] a mis tout de même en évidence la présence préférentielle de précipités intergranulaires de type  $M_{23}C_6$  dans ces zones à petits grains qui permettait dans ses travaux une meilleure tenue à la CSC ce qui n'est pas le cas dans notre étude. Cette différence pourrait être expliquée par la composition chimique de l'Alliage 82 utilisé par Young qui présente une teneur en carbone supérieur à 0,3%massique liée à la teneur en chrome comprise entre 18% et 22% ce qui favorise la formation de carbures. Il semble donc que la chimie locale autour du joint de grains joue un rôle non négligeable sur la sensibilité à la CSC des soudures.

Toutefois, la question de l'influence de la morphologie des grains et de leurs orientations cristallographiques se pose aussi. Il apparaît, en effet, que la majorité des joints fissurés sont localisés entre deux grains dont au moins l'un d'eux présente une aire inférieure à 50 000  $\mu m^2$ , ce qui correspond à un diamètre équivalent de 250  $\mu m$ . Une analyse statistique concernant la distribution des couples de grains de la microstructure comparée aux couples de grains jouxtant un joint de grains fissuré ne laisse apparaître qu'une corrélation préférentielle pour un couple de grains, de taille hétérogène avec un rapport de taille entre les grains supérieur à 1,06 et dont la taille d'au moins un des deux grains est inférieure à 50 000  $\mu m^2$ . Cet effet, associé à l'hétérogénéité de taille de grains fut recherché à travers des effets d'hétérogénéité de plasticité et de comportement mécanique local différents entre les grains. Si aucune corrélation n'a pu être directement trouvée à partir de l'étude des champs de déformation, obtenus à l'aide des microgrilles d'or, l'hétérogénéité de taille de grains se traduit aussi par une hétérogénéité de contrainte d'écoulement, du fait de l'application de la loi de Hall et Petch [Hall1951]. Cette approche, si elle est séduisante, n'a toutefois pas été testée dans cette étude.

En effet, nous nous sommes focalisés, par faute de temps, sur une approche méthodologique permettant de déterminer une estimation de la contrainte normale aux joints de grains afin de pouvoir estimer un critère de fissuration des joints considérés. Cette démarche est basée sur un couplage entre des simulations numériques par éléments finis et des conditions aux limites imposées par le champ cinématique mesuré expérimentalement. Ces conditions ont alors été appliquées à des configurations de bi-cristaux réellement mesurées, et ont permis de comparer l'apport d'une telle approche locale vis à vis d'une approche plus macroscopique, basée sur des conditions aux limites homogènes (chapitre IV).

Les calculs numériques ont donc été réalisés sur des bi-cristaux, issus du moule B, et mettant en jeu des couples de grains, dont le joint était ou pas fissuré. Le résultat d'une telle étude qui a porté sur 14 couples, fut de constater :

- qu'une approche avec déplacement macroscopique homogène ne permettait pas de capturer les différences associés aux champs cinématiques et de contraintes vus par les joints de grains,
- que l'approche locale, malgré ses faiblesses en termes de résolution spatiale et d'incertitude de mesure, permet toutefois de discriminer les différentes configurations testées. Cette démarche permettrait donc dans un avenir plus ou moins proche d'aboutir sur un critère de fissuration ou plutôt de non fissuration du joint de grains avec un paramètre homogène à une énergie de cohésion associant la contrainte normale maximale et la différence de déformation, tous deux, mesurés au niveau du joint de grains en fonction notamment de son inclinaison par rapport à la direction de sollicitation. Ce paramètre encore à affiner a été évalué à 0,0054 (valeur sans unité, normalisée par les valeurs moyennes macroscopiques) avec au-delà de cette valeur un joint de grains favorable à l'amorçage de fissures par CSC.

Le paramètre mécanique d'une valeur homogène à une énergie de cohésion du joint de grains se présente alors un paramètre rentrant en compte dans la sensibilité des joints de grains en CSC dans notre cas d'étude avec nos conditions d'essai et dans le cas présent du moule B.

### V.3 Synthèse des paramètres sensibilisant la cohésion du joint de grains

La corrélation des investigations liées à la localisation des fissures de CSC, à la microstructure et au comportement mécanique local a mis en évidence deux familles de paramètres jouant un rôle dans la cohésion des joints de grains en CSC. Ces deux familles concernent, d'une part la chimie du matériau, et notamment la chimie locale au niveau du joint de grains et, d'autre part, le comportement mécanique local au niveau de ces mêmes joints de grains. Les paramètres clés identifiés, vis-à-vis de la compréhension de la sensibilité des joints de grains à la CSC, sont au nombre de 4. Le Tableau V-3 récapitule le classement proposé, allant du plus important au moins important.

Par ailleurs, il est important de noter que le paramètre premier mis en évidence avec cette étude concerne la chimie de l'alliage avec un rôle non négligeable dans la résistance des joints de grains de l'Alliage 82, vis-à-vis d'une sollicitation en milieu de vapeur d'eau hydrogénée à 400°C. En effet, la composition chimique des alliages joue un rôle sur la précipitation intragranulaire et surtout intergranulaire. Toutefois, le procédé de soudage introduit des hétérogénéités chimiques locales au sein des passes, rendant alors les pieds de passes plus sensibles à l'amorçage de fissures de CSC. Cela est expliqué par une présence préférentielle des impuretés dans les espaces interdendritiques de ces zones. Par conséquent, la probabilité que les impuretés aient ségrégué dans les joints de grains est plus élevée, ce qui diminuerait l'énergie de cohésion du joint de grains. Cependant, cette sensibilité est diminuée lorsque la composition chimique de l'alliage et le traitement thermique adéquat permet l'apparition de carbures de chrome intergranulaires (cas du moule B'). En effet, la



présence de carbures de chrome intergranulaires limite l'oxydation des joints de grains et donc sa fragilisation. De plus, la pénétration des oxydes intergranulaires pourrait non seulement être influencée par la présence des précipités intergranulaires mais il semblerait que, d'après la littérature [Wehbi2014], l'augmentation de la différence de déformation locale (hétérogénéité intergranulaire) favoriserait la pénétration des oxydes.

Les autres paramètres sont des paramètres d'ordre mécanique faisant intervenir le comportement mécanique local du joint de grains vis-à-vis de son énergie de cohésion qui est plus ou moins sensibilisé du fait de la présence de pénétration d'oxyde. Cependant, tous les joints de grains oxydés ne fissurent pas. Le paramètre de second ordre concerne **l'orientation du joint de grain par rapport à la direction de sollicitation, sollicitation d'autant plus critique que la sollicitation correspond au mode d'ouverture (mode I)**. Le prélèvement des éprouvettes est directement lié à ce paramètre à travers la quantité de joints de grains perpendiculaires à la direction de sollicitation. En effet, 95% des joints qui ont fissuré dans cette étude ont été sollicité suivant le mode I.

Le paramètre d'ordre trois concerne la nature des joints de grains avec dans le cas de **joints généraux une sensibilité plus élevée**. Ces joints sont également présents en majorité dans la microstructure des alliages 82 étudiés.

Le paramètre de quatrième ordre étudié dans ces travaux est relié au comportement mécanique local du joint de grains. Il a en effet été observé que **les joints de grains les plus sensibles à la CSC étaient ceux dont la contrainte normale maximale associée à la différence de déformation locale était la plus élevée ( $E > 0,0054$  valeur sans unité, normalisée par les valeurs moyennes macroscopiques)**.

Un dernier paramètre, peu exploité dans l'étude, est également précisé dans le Tableau V-3, il s'agit de la taille des grains. En effet, les investigations ont montré que, sur l'ensemble des joints de grains fissurés, au moins un des deux grains avait une taille inférieure ou égale à  $50\,000\ \mu\text{m}^2$ . Ces investigations n'ont toutefois pas été approfondies mais nécessitent tout de même d'être mentionnées.

		Moule A	Moule A'	Moule B	Moule B'
Effet du traitement thermique			? Pas de formation de $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$		+
Localisation dans la passe de soudage		+++ en pied de passe	?	++/?	
Energie de cohésion du joint de grains $> 0,0054$		?		++	
Sollicitation en Mode I		+++	?	+++	+
Plan de prélèvement	TL	+++	?	++	?
	TS	++		?	-
Nature du joint de grains	HAGB	++		++	?
	CSL	+		+	
Pénétration de longueur $> 7\ \mu\text{m}$ , largeur de l'oxydation $> 700\ \text{nm}$ et une épaisseur de nickel à l'intérieur du joint de grains $> 150\ \text{nm}$		?	?	++	-
Un grain du couple adjacent aux joints de grains d'aire $< 50000\ \mu\text{m}^2$		++		++	

+++ : très sensible    - : pas sensible  
 ++ : sensible    ? : nécessite des investigations complémentaires  
 + : peu sensible

Tableau V-3 : Synthèse de la sensibilité des joints de grains suivant les paramètres étudiés

## V.4 Perspectives

Les paramètres affectant la sensibilité à la CSC étudiés ici ne sont certainement pas exhaustifs et des investigations plus approfondies sembleraient être judicieuses dans certains cas pour confirmer leur influence respective. Dans ce but, quatre essais de traction lente sur des éprouvettes prélevées dans les moules A, A', B et B', incluant à la fois des zones de pieds de passes et de milieux de passes de soudage pourraient être réalisés. Des caractérisations microstructurales et mécaniques complémentaires seraient nécessaires pour améliorer la caractérisation des paramètres étudiés. Par ailleurs, il serait judicieux de comprendre le rôle des paramètres qui influencent la croissance de la couche d'oxyde, notamment la présence de cette couche externe composée de cristallites de nickel pur. L'effet accélérateur des microgrilles d'or est aussi un axe d'amélioration de la compréhension. Dans le même esprit, la présence du nickel pur dans les joints de grains nécessite également des investigations complémentaires afin de comprendre son origine pour savoir s'il est la conséquence de la formation de la couche d'oxyde riche en chrome qui s'accompagne de la diffusion du nickel vers une surface libre ou s'il est dû à une « dé-chromisation » du grain pour la formation de l'oxyde riche en chrome.

Un essai d'amorçage avec des éprouvettes U-bend pourrait également être réalisé en milieu primaire REP simulé afin de confirmer que les essais en vapeur d'eau hydrogénée à 400°C sont bien représentatifs du comportement en CSC en service. Ces essais permettraient également de confirmer l'énergie d'activation apparente d'amorçage.

De plus, la méthodologie utilisée pour l'étude des champs cinématiques pourrait être améliorée à la fois du point de vue expérimental avec un affinement du maillage de la microgrille mais aussi au niveau des calculs numériques par éléments finis. L'application des déplacements expérimentaux dans les simulations par éléments finis nécessite d'être améliorée ainsi que la loi de comportement avec une identification des paramètres à partir des essais cycliques à température ambiante et des chargements de l'ordre de 12% de déformation. Pourrait être également améliorée la géométrie des joints de grains simulés en prenant en compte l'inclinaison du joint de grains en fonction de la direction de sollicitation. L'ajout de l'effet de la taille des grains pour tenir compte de l'influence du paramètre Hall-Petch dans le comportement mécanique serait aussi un axe d'amélioration intéressant.

Du point de vue expérimental, une étude des contraintes résiduelles dans la soudure et au sein des passes de soudage pourrait à la fois permettre de connaître l'état initial de la contrainte et d'apporter un élément complémentaire pour les calculs numériques.



## Conclusion générale

Les études sur la compréhension de l'amorçage dans les matériaux soudés utilisés dans les Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) sont relativement peu nombreuses. En effet, la Corrosion Sous Contrainte (CSC) est un phénomène que l'on peut décomposer en étapes d'incubation, avec la formation de la couche passive d'oxyde, d'amorçage de fissures et de la propagation des fissures. Toutefois, de nombreuses études ont traité de la propagation à travers la mesure de vitesses de propagation. Ces études ont alors mis en évidence de fortes dispersions de comportement en propagation pour lesquelles les paramètres matériaux sont, entre autres, mis en cause. L'objectif de cette thèse était d'identifier des paramètres microstructuraux en association avec des paramètres mécaniques qui seraient à l'origine de la sensibilisation en CSC des joints de grains des alliages à base de nickel soudés, Alliage 82, dans un milieu de vapeur d'eau hydrogénée. L'utilisation du milieu de vapeur d'eau à 400°C avec une pression partielle d'hydrogène de 0,7 bar a été préférée au milieu primaire simulé REP à 360°C en raison de son effet accélérateur sur les temps à l'amorçage observé dans la littérature. Des éprouvettes U-bend ont été testées simultanément dans un autoclave de 23 L. Les sites d'amorçage observés en surface des éprouvettes U-bend ont été superposés aux microstructures correspondantes analysées par EBSD (Electron Back-Scattered Diffraction) qui donne des informations sur la morphologie et les orientations cristallographiques des grains adjacents aux fissures. Les joints de grains ont également été caractérisés dans un premier temps en termes de précipitations intergranulaires et dans un deuxième temps en termes de pénétrations d'oxyde. Le comportement mécanique a été étudié, d'une part, d'un point de vue macroscopique avec l'observation des forces appliquées sur les éprouvettes pour les déformer et, d'autre part, d'un point de vue microscopique et local avec la mesure des champs de déformation et le calcul des contraintes à l'échelle des grains.

Un autre objectif était de comparer deux nuances d'Alliage 82 qui diffèrent principalement par leur teneur en chrome et en carbone. L'Alliage 82 avec une plus faible teneur en chrome et en carbone (respectivement 18% et 0,014% massiques) a été soudé par FCAW (Flux Arc Cored Welding) et l'Alliage 82 avec une teneur moyenne en chrome et en carbone (respectivement 19% et 0,025% massiques) a été soudé par GTAW (Gas Tungsten Arc Welding). Les caractérisations de ces moules à l'état brut de soudage ont mis en évidence :

- Une différence de morphologie de grains dans les plans de prélèvement TL et TS, avec des grains plus gros et plus allongés dans le plan TS et légèrement plus petit et plus équiaxes dans le plan TL pour le moule A par rapport au moule B,
- Une différence de texture cristallographique avec, pour le moule A, une texture globale dont les directions  $\langle 100 \rangle$  sont parallèles à l'axe de croissance des principales dendrites (axe S) de type isotrope transverse et cubique, et le même type de texture, mais uniquement à l'échelle locale, pour le moule B,
- Une déformation hétérogène en surface du matériau sans lien direct avec la morphologie et les orientations cristallographiques des grains,
- Une répartition hétérogène des éléments chimiques avec une quantité plus élevée d'impuretés dans les pieds de passes de soudage par rapport aux milieux de passes,
- Une précipitation intragranulaire similaire, mais une précipitation intergranulaire plus élevée de carbures de niobium pour le moule B.

Les différences observées sur les moules ne peuvent pas être uniquement attribuées à la différence de composition chimique entre les deux nuances d'Alliage 82 mais également aux procédés de soudage. Le traitement thermique effectué sur les moules (moules A' et B') a principalement conduit à la précipitation de carbures de chrome intergranulaires uniquement dans le moule B' et non dans le moule A'. La morphologie et les orientations



cristallographiques sont peu modifiées par le traitement thermique dans le cas du Moule B et non modifiées dans le cas du moule A.

Lors des essais d'amorçage en milieu de vapeur d'eau hydrogénée à 400°C, les éprouvettes U-bend du moule A ont présenté une sensibilité plus élevée à l'amorçage de fissures par CSC que celles du moule B, toutes les autres conditions égales par ailleurs. De plus, le traitement thermique est bénéfique dans le cas du moule B', qui par comparaison avec le moule B présente moins de pénétration d'oxyde aux joints de grains et de fissures de CSC. La meilleure résistance des joints de grains du moule B' peut être attribuée à la présence des carbures de chrome intergranulaires. L'absence de carbures de chrome intergranulaires dans le moule A', qui a subi le même traitement thermique que le moule B', a été attribuée à sa composition chimique (il contient moins de carbone et moins de chrome que le moule B').

Après les observations générales de la sensibilité des moules à l'amorçage de fissures par CSC, l'étude locale des joints de grains fissurés et non fissurés corrélée avec la microstructure (morphologie, orientations cristallographiques et chimie des grains et des joints de grains) et le comportement mécanique, a mis en évidence que la cohésion des joints de grains peut être caractérisée par les critères d'amorçage et de fissuration suivant :

- La chimie locale au niveau du joint de grains que ce soit au niveau de la précipitation intergranulaire que de la pénétration d'oxyde lorsque la précipitation intergranulaire ne permet pas de limiter cette pénétration d'oxyde,
- La mécanique locale lorsque le joint de grains est positionné perpendiculairement par rapport à la direction de sollicitation, le mode I d'ouverture du joint de grains est plus sensible, et que la nature de celui-ci est général (HAGB)
- Une énergie de cohésion du joint de grains supérieure à 0,0054 (produit de la contrainte normale maximale normalisée et de la différence de déformation avec la prise en compte de l'inclinaison du joint de grains par rapport à la sollicitation), valeur seuil établie pour le moule B mais qui peut varier suivant la nuance d'alliage,

Ces paramètres peuvent alors être pris en compte pour un critère d'amorçage de fissures par CSC. En perspective, ils pourraient être introduits dans des calculs numériques afin de prévoir quels joints de grains sont les plus sensibles à l'amorçage de fissures. Pour ce faire, les calculs pourraient être basés sur des agrégats polycristallins dont les propriétés seraient déduites des caractérisations expérimentales et ils pourraient utiliser des éléments cohésifs afin de simuler l'amorçage et la propagation de fissures de CSC intergranulaires. Cette étude pourrait alors s'inspirer des travaux de [Geoffroy2013], qui utilise des éléments cohésifs dans ses simulations numériques. Toutefois, des points de l'étude pourraient être approfondis notamment en ce qui concerne les calculs numériques avec la prise en compte de la cisssion critique des grains en fonction de leurs dimensions comme le prévoit la loi de Hall et Petch [Hall1951]. En effet, les investigations ont tout de même montré qu'au moins un des deux grains avait une taille inférieure ou égale à 50 000  $\mu\text{m}^2$

Le travail numérique a été réalisé uniquement sur le moule B, il pourrait être envisagé de le réaliser sur une éprouvette du moule A afin de vérifier si les paramètres sont du même ordre de grandeur. Ces calculs permettraient de vérifier si la valeur homogène à une énergie de cohésion des joints de grains du moule A est bien plus faible que celle du moule B, ce qui permettrait de confirmer sa plus grande sensibilité. D'autres approches peuvent également être envisagées comme celle de Bieler [Bieler2005] qui consiste à étudier l'effet, sur la rupture des joints de grains, de la compatibilité des plans denses dans lesquels les dislocations se déplacent jusqu'au joint de grains.

Par ailleurs, l'identification de la loi de comportement de l'A82 doit être améliorée pour notamment mieux prévoir son comportement mécanique à température ambiante pour des déformations supérieures à 10% et ainsi mieux modéliser la mise en forme des éprouvettes U-bend. De plus, des caractérisations plus approfondies de la précipitation intergranulaire du

moule A permettrait de mieux comprendre pourquoi les joints de grains dans les pieds de passes ont une énergie de cohésion plus faible que dans ceux des milieux de passes de soudage. Pour confirmer cette tendance, un essai de traction lente en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C ou en milieu primaire pourrait être réalisé sur une éprouvette contenant à la fois des zones en pieds et en milieux de passes de soudage. Idéalement, il serait intéressant de pouvoir réaliser un essai d'amorçage en milieu primaire REP à 360°C pour ainsi valider les paramètres qui ont été déterminés dans nos conditions d'essai.

Cette étude basée sur une corrélation entre l'amorçage, la microstructure et le comportement mécanique, a permis de déterminer différents paramètres jouant un rôle significatif sur la tenue des joints de grains en amorçage de fissures par CSC. Ainsi, il peut être conclu vis-à-vis de l'application industrielle et, afin de limiter l'amorçage et la propagation de fissures dans les soudures dans les circuits primaires REP, qu'il serait alors pertinent de privilégier l'utilisation d'un Alliage 82 avec une teneur moyenne en chrome et en carbone, soudé par le procédé GTAW et d'y appliquer un traitement thermique de détensionnement.



## Références

[AFCEN2012] <http://www.afcen.com/fr/publications/rcc-m/83/rcc-m-2012>

[Alexandoreanu2003] B. Alexandoreanu, G.S. Was, "Grain boundary deformation-induced intergranular stress corrosion cracking of Ni-16Cr-9Fe in 360°C water", Corrosion, vol 59, 8, 2003, p. 705-720

[Alexandoreanu2005] B. Alexandoreanu, O.K. Chopra, W.J. Shack, "The effect of grain orientation on the cracking behavior of Alloy 182 in PWR environment", in : Proceedings of the 12th International conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear power System – Water Reactors, ed. T.R. Allen, P.J. King et al., TMS, 2005, p. 579-588

[Allais1994] L. Allais, M. Bornert, T. Bretheau, D. Caldemaison, "Experimental characterization of the local strain field in a heterogeneous elastoplastic material", Acta Metallurgica et Materialia, vol 42, 11, 1994, p. 3865-3880

[Amzallag2001] C. Amzallag, J-M. Boursier, C. Pagès, C. Gimond, "Stress corrosion life assessment of 182 and 82 welds used in PWR components", in : Proceedings of the 10th International conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear power System – Water Reactors, NACE, 2001

[Attanasio2003] S.A. Attanasio, D.S. Morton, "Measurement of Nickel/Nickel oxide transition in Ni-Cr-Fe alloys and updated data and correlations to quantify the effect of aqueous hydrogen on primary water SCC", in : Proceedings of the 11th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems—Water Reactors, 2003

[Bamford2005] W. Bamford, J. Hall, "Cracking of A600 nozzles and welds in PWRs : review of cracking events and repair service experience", in : Proceedings of the 12th International conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear power System – Water Reactors, ed. T.R. Allen, P.J. King et al., TMS, 2005

[Barbe2009] F. Barbe, R. Quey, A. Musienko, G. Cailletaud, "Three-dimensional characterization of strain localization bands in high-resolution elastoplastic polycrystals", Mechanics research communications, vol 36, 2009, p. 762-768

[Bertali2015] G. Bertali, F. Scenini, P. Gilles, M.G. Burke, "Solution annealed and thermally treated alloy 600 preferential intergranular oxidation: a comparison", in : Proceedings of the 17th International conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear power System – Water Reactors, Ottawa, Canada, 2015

[Bieler2005] T.R. Bieler, A. Fallahi, B.C. Ng, D. Kumar, M.A. Crimp, B.A. Simkin, A. Zamiri, F. Pourboghrat, D.E. Mason, "Fracture initiation/propagation parameters for duplex TiAl grain boundaries based on twinning, slip, crystal orientation, and boundary misorientation", Intermetallics, vol 13, 2005, p. 979–984

[Bioulac2004] M. Bioulac, M.F. Cipièrre, G. Poudroux, F. Champigny, L. Mercier, Y. Rouillon, F. Vaillant, "Gains apportés par le changement du matériau dans les générateurs de vapeur et les couvercles de cuve des REP : passage de l'Alliage 600 à l'Alliage 690", in : Nouvelles technologies, nouvelles compétences au service des centrales nucléaires en exploitation, Paris, France, 2004, p. 179-188



- [Bonaventure2012] A. Bonaventure, "Evaluation expérimentale et numérique des contraintes résiduelles dans les structures soudées en multipasse", Thèse, Université Technologique de Troyes, 2012
- [Bornert1996] M. Bornert, "Morphologie microstructurale et comportement mécanique ; caractérisations expérimentales, approches par bornes et estimations autocohérentes généralisées", Thèse, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 1996
- [Boursier2005] J. Boursier, T. Couvant, F. Vaillant, B. Yrieix, "A Review of PWSCC, weldability and thermal ageing of nickel weld metals in PWR primary water", in : International PWSCC of Alloy 600 Conference and Exhibit Show, 2005
- [Bouscaud2012] D. Bouscaud, "Développement de la microdiffraction Kossel pour l'analyse des déformations et contraintes à l'échelle du micromètre : applications à des matériaux cristallins", Thèse, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et métiers, 2012
- [Buisine1994] D. Buisine, F. Vaillant, P. Vidal, C. Gimond, "PWSCC resistance of nickel based weld metals with various chromium contents", EPRI Workshop on PWSCC of Alloy 600 in PWRs, 1994
- [Cailletaud1987] G. Cailletaud, "Une approche micromécanique phénoménologique du comportement inélastique des métaux", Thèse, Université Pierre et Marie Curie, Paris 6, 1987
- [Calonne2010] O. Calonne, M. Foucault, F. Steltzlen, C. Amzallag, "Stress corrosion crack initiation of Alloy 182 weld metal in primary coolant: influence of chemical composition", in : Proceedings of Fontevraud VII, Contribution of materials investigations to improve the safety and performance of LWRs, 2010
- [Cassagne1997] T. Cassagne, B. Fleury, F. Vaillant, O. de Bouvier, P. Combrade, "An update on the influence of hydrogen on the PWSCC of nickel base alloys in high temperature water", in : Proceedings of the 8th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems- Water Reactors, 1997, p. 307-315
- [Cazes1995] R. Cazes, "Soudage à l'arc", Techniques de l'ingénieur, B 7730, 1995
- [Celin2011] R. Celin, F. Tehovnik, "Degradation of a Ni-Cr-Fe alloy in a pressurised-water nuclear power plant", Materials and Technology, vol 45, 2, p. 151-157, 2011
- [Chaumun2012] E. Chaumun, C. Guerre, C. Duhamel, M. Sennour, I. de Curières, "Oxidation of Alloy 82 in nominal PWR primary water at 340°C and in hydrogenated steam at 400°C", in : Proceedings of Nuclear Plant Chemistry conference, 2012
- [Chaumun2015] E. Chaumun, J. Crépin, C. Duhamel, C. Guerre, E. Héripré, M. Sennour, I. de Curières, "SCC crack initiation in nickel based alloy welds in hydrogenated steam at 400°C", in : Proceedings of the 17<sup>th</sup> International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-Water Reactors, Ottawa, Canada, 19 p., 2015
- [Clark1992] W.A.T. Clark, R.H. Wagoner, Z.Y. Shen, T.C. Lee, I.M. Robertson, H.K. Birnbaum, "On the criteria for slip transmission across interfaces in polycrystals", Scripta Metallurgica et Materialia, vol 26, p. 203-206, 1992
- [Coriou1959] H. Coriou, L. Grall, Y. Le Gall, S. Vettier, "Corrosion fissurante sous contrainte de l'Inconel dans l'eau à haute température - Stress corrosion cracking of Inconel in high temperature water", in : 3ème colloque annuel de métallurgie – corrosion, 1959
- [CoursProbion] <http://www.probion.fr/docs/tuto-sims-2-physique.pdf>

- [Couvant2011] T. Couvant, F. Vaillant, "Initiation of PWSCC of weld alloy 182", in : Proceedings of the 15<sup>th</sup> International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-Water Reactors, Colorado Springs, Colorado, ed. J.T. Busby, p. 1141-1151, 2011
- [Crawford92] D.C. Crawford, G.S. Was, "The role of grain boundary misorientation in intergranular cracking of Ni-16Cr-9Fe in 360°C argon and high-purity water", Metallurgical transactions, vol 23, 4, p. 1195-1206, 1992
- [Cunat2000] P-J Cunat, "Aciers inoxydables - Mise en œuvre", Techniques de l'ingénieur, M4542, 2000
- [David2003] S.A. David, S.S. Babu, J.M. Vitek, "Welding: solidification and microstructure", JOM, vol 55, 6, p. 14-20, 2003
- [deCurières2010] I. de Curières, O. Calonne, P. Crooker, "PWSCC mitigation of alloy 182 : testing of various mitigation processes", in : Proceedings of Fontevraud VII, Contribution of materials investigations to improve the safety and performance of LWRs, 2010
- [Delabrouille2005] F. Delabrouille, L. Legras, F. Vaillant, P. Scott, B. Viguier, E. Andrieu, "Effect of the chromium content and strain on the corrosion of nickel based alloys in primary water of pressurized water reactors", in : Proceedings of the 12th International conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear power System – Water Reactors, ed. T.R. Allen, P.J. King et al., TMS, p. 903-909, 2005
- [Devine2011] T. Devine, "Influence of primary water chemistry on oxides formed on Alloy 600 and Alloy 690", in : Proceedings of the 15th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-Water Reactors, Colorado Springs, Colorado, 2011, ed. J.T. Busby, p. 967-992
- [Doumalin2000] P. Doumalin, "Microextensométrie locale par corrélation d'images numériques. Application aux études micromécaniques par microscopie électronique à balayage", Thèse, Ecole Polytechnique, 2000
- [Dozaki2010] K. Dozaki, D. Akutagawa, N. Nagata, H. Takiguchi, K. Norring, "Effect of dissolved hydrogen content in PWR primary water on PWSCC initiation property", E-Journal of Advanced Maintenance, vol 2, p. 65-76, 2010
- [Duisabeau2010] L. Duisabeau, D. Deforge, Y. Thebault, M. Stindel, E. Lemaire, "EDF Field experience of 182 J-Groove welds on CRDMs and SG channel head nozzles", in : Proceedings of Fontevraud VII, Contribution of materials investigations to improve the safety and performance of LWRs, 2010
- [Economy1987] G. Economy, R. J. Jacko, F. W. Pement, "IGSCC Behavior of alloy 600 steam generator tubing in water or steam tests above 360°C", Corrosion, vol 43, 12, p. 727-733, 1987
- [Efsing2005] P. Efsing, B. Forssgren, R. Kilian., "Root cause failure analysis of defected J-Groove welds in steam generator drainage nozzles", in : Proceedings of the 12th International conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear power System – Water Reactors, ed. T.R. Allen, P.J. King et al., TMS, p. 813-818, 2005
- [EPRI2002] Materials reliability program (MRP) Crack growth rates for evaluating primary water stress corrosion cracking (PWSCC) of thick wall Alloy 600 materials (MRP-55NP) Revision 1, EPRI, Palo Alto, 2002. Rapport final, 1006695, 56 p.

[EPRI2004] Materials reliability program crack growth rates for evaluating primary water stress corrosion cracking (PWSCC) of Alloy 82, 182, and 132 (MRP-115NP), EPRI, Palo Alto, 2004, Rapport final, 1006696, 186 p.

[EPRI2007] Materials reliability program: review of stress corrosion cracking of alloys 182 and 82 in PWR primary water service (MRP-220). EPRI, Palo Alto, 2007, Rapport, 1015427, 56 p.

[Figueiredo2011] C. de Araujo Figueiredo, R-W. Bosch, M. Vankeerberghen, "Electrochemical investigation of oxide films formed on nickel alloys 182, 600 and 52 in high temperature water", Electrochimica Acta, vol 56, p. 7871-7879, 2011

[Fyfe2012] S. Fyfe, "Corrosion and stress corrosion cracking of Ni-base alloy", in : Comprehensive nuclear materials, vol 5, chap 4, p. 69-92, 2012

[Garcia2006] M.S. Garcia Redondo, J. Lapeña Gutiérrez, D. Gómez-Briceño, "Crack growth rates in weld metal Alloy 182 in simulated PWR conditions", in : Proceedings of Fontevraud VI, Contribution of materials investigations to improve the safety and performance of LWRs, 2006

[Goeffroy2013] D. Geoffroy, "Modélisation de l'amorçage et de la propagation de fissures dans les microstructures polycristallines. Application au  $\gamma$ -TiAl", Thèse, Ecole nationale supérieure des mines de Paris, 2013

[Grediac2012] M. Grediac, F. Hild, Field Measurement in Solid Mechanics, Wiley, 2012

[Guerre2004] C. Guerre, O. Raquet, L. Duisabeau et G. Turluer, "Effect of cyclic loading on the stress corrosion crack growth rate in Alloy 600 in PWR primary water", in : Proceedings of Eurocorr, Nice, France, 2004

[Guerre2010] C. Guerre, H. Herms, O. Raquet, Rapport interne CEA, 2010

[Guerre2011] C. Guerre, C. Duhamel, M. Sennour, J. Crépin, M. Le Calvar, "SCC crack growth rate of Alloy 82 in PWR primary water conditions – effect of a thermal treatment", in : Proceedings of the 15th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-Water Reactors, Colorado Springs, Colorado, ed. J.T. Busby, p. 1127-1139, 2011

[Hall1951] E.O. Hall, "The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results", Proceedings of the Physical Society B London, vol 64, p. 747-753, 1951

[Hanninen2006] H. Hanninen, P. Aaltonen, A. Brederholm, U. Ehrnsten, H. Gripenberg, A. Toivonen, J. Pitkanen, I. Virkkunen, "Dissimilar metal weld joints and their performance in nuclear power plant and oil refinery conditions", VTT Research notes 2347, 212 p., 2006

[Helie2003] M. Helie, "Essais de corrosion sous contrainte, Partie 6 : Préparation et utilisation des éprouvettes pré-fissurées pour essais sous charge constante ou sous déplacement constant", Norme AFNOR NF EN ISO 7539-6, 2003

[Hérippe2006] E. Hérippe, "Méthode de couplage multi-échelles entre simulations numériques polycristallines et mesures de champs pour l'identification des paramètres de lois de comportement et de fissuration des matériaux métalliques. Application à l'étude des alliages TiAl", Thèse, Ecole Polytechnique Palaiseau, 2006

[Huguenin2012] P. Huguenin, "Amorçage des fissures de corrosion sous contrainte dans les aciers inoxydables austénitiques pré-déformés et exposés au milieu primaire des réacteurs à eau sous pression", Thèse, Ecole nationale supérieure des mines de Paris, 2012

- [Jacko2003] R.J. Jacko, R.E. Glod, A. Kroes, "Accelerated corrosion testing of Alloy 52M and Alloy 182 Weldment", in : Proceedings of the 11th International conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear power System - Water Reactors, Stevenson, Washington, 2003
- [Jenssen2006] A. Jenssen, J. Sundberg, P. Efsing, "The effect of weld residual stress on the crack growth rate of Alloy 182 in BWR environment", in : Proceedings of Fontevraud VI, Contribution of materials investigations to improve the safety and performance of LWRs, 2006
- [Kamaya2009] M. Kamaya, "Measurement of local plastic strain distribution of stainless steel by electron backscatter diffraction", Materials Characterization, vol 60, p. 125-132, 2009
- [Kou2003] S. Kou, Welding metallurgy, 2nde ed, John Wiley, 2003
- [Laghoutaris2009] P. Laghoutaris, "Corrosion sous contrainte de l'Alliage 600 en milieu primaire des réacteurs à eau sous pression : apport à la compréhension des mécanismes", Thèse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2009
- [LeCalvar2008] M. Le Calvar, Note interne IRSN, 2008
- [Lee2001] D.H. Lee, M. S. Choi, U. C. Kim, "The effect of hydrogen on the stress corrosion cracking of Alloy 600 in simulated PWR primary water at 330°C", in : Proceedings of the 10th International conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear power System – Water Reactors, 2001
- [LeHong2001a] S. Le Hong, C. Amzallag, J. Daret, "Measurements of stress corrosion cracking rates in weld Alloy 182 in primary water of PWR", in : Proceedings of the 10th International conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear power System – Water Reactors, 2001
- [LeHong2001b] S. Le Hong, "Influence of surface condition on primary water stress corrosion cracking initiation of Alloy 600", Corrosion, vol 57, 4, p. 323-333, 2001
- [LeMillier2014] M. Le Millier, "Fragilisation des aciers inoxydables austénitiques sous irradiation : évolution de la microstructure et amorçage de la corrosion sous contrainte assistée par l'irradiation en milieu REP", Thèse, Ecole nationale supérieure des Mines de Paris, 2014
- [Lim2009] Y.S. Lim, H.P. Kim, H.D. Cho, H.H. Lee, "Microscopic examination of an Alloy 600/182 weld", Materials Characterization, Vol 60, 12, p. 1496-1506, 2009
- [Liu2009] J.-H. Liu, R. Mendonça, R.-W. Bosch, M.J. Konstantinovic, "Characterization of oxide films formed on alloy 182 in simulated PWR primary water", Journal of Nuclear materials, vol 393, p. 242-248 , 2009
- [Marchetti2007] L. Marchetti-Sillans, "Corrosion généralisée des alliages à base nickel en milieu aqueux à haute température : Apport à la compréhension des mécanismes", Thèse, Ecole des Mines de Saint-Etienne, 2007
- [Marchetti2010] L. Marchetti, S. Perrin, Y. Wouters, F. Martin, M. Pijolat, "Photoelectrochemical study of nickel base alloys oxide films formed at high temperature and high pressure water", Electrochimica acta, vol 55, p. 5384-5392, 2010
- [Marquardt1963] D.W. Marquardt, "An algorithm for least-squares estimation of nonlinear parameters," Journal of the Society for Industrial and Applied Mathematics, vol 11, 2, p. 431-441, 1963



- [Méric1991] L. Méric, P. Poubanne, G. Cailletaud, "Single-crystal modeling for structural calculations .1. model presentation", Journal of engineering materials and technology, 113, p. 162–170, 1991
- [Mills2003] W.J. Mills, C.M. Brown, "Stress Corrosion Crack rates for alloy 82H welds in high temperature water", in : Proceedings of the 11th International conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear power System – Water Reactors, 2003
- [Mills2005] W.J. Mills, "Fracture surface morphology of stress corrosion cracks in nickel-base welds", in : Proceedings of the 12th International conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear power System – Water Reactors, ed. T.R. Allen, P.J. King et al., TMS, p. 669-682, 2005
- [Musienko2009] A. Musienko, G. Cailletaud, "Simulation of inter- and transgranular crack propagation on polycrystalline aggregates due to stress corrosion cracking", Acta materialia, vol 57, p. 3840-3855, 2009
- [Mullen1992] J.V. Mullen, R.J. Parrington, "Stress corrosion of Alloy 600 weld metal in primary water", EPRI Workshop on PWSCC of Alloy 600 in PWRs, 1992
- [Murry1994] G. Murry, "Soudage et soudabilité métallurgique des métaux", Techniques de l'ingénieur, M715, 1994
- [NormeNF] Norme NF EN ISO 6520 - Soudages et techniques connexes - Classification des défauts géométriques dans les soudures des matériaux métalliques - Partie 1 : soudage par fusion
- [Norrington2005] K. Norring, M. Konig, J. Lagerstrom, "Stress intensity and temperature dependence for crack growth rate in weld metal Alloy 182 in primary PWR environment", in : Proceedings of the 12th International conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear power System – Water Reactors, ed. T.R. Allen, P.J. King et al., TMS, 2005
- [Panter2006] J. Panter, B. Viguier, J-M. Cloué, M. Foucault, P. Combrade, E. Andrieu, "Influence of oxide films on primary water stress corrosion cracking initiation of Alloy 600", Journal of nuclear materials, vol 348, p. 213-221, 2006
- [Paraventi2005] D.J. Paraventi, W.C. Moshier, "The effect of cold work and dissolved hydrogen in the stress corrosion cracking of Alloy 82 and Alloy 182 weld metal", in : Proceedings of the 12th International conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear power System – Water Reactors, ed. T.R. Allen, P.J. King et al., TMS, 2005
- [Paraventi2011] D.J. Paraventi, W.C. Moshier, "Interaction of microstructure, composition, and cold work on the stress corrosion cracking of Alloy 82 weld metal", in : Proceedings of the 15th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System – Water Reactors, Colorado Springs, p. 1087-1101, 2011
- [Pathania2002] R.S. Pathania, A.R. McIlree, J. Hickling, "Overview of primary water cracking of alloys 182/82 in PWRs", in : Proceedings of Fontevraud V, Contribution of materials investigations to improve the safety and performance of LWRs, 2002
- [Peng2003] Q. Peng, H. Yamauchi, T. Shoji, "Dendrite boundary microchemistry in Alloy 182 weld metal", in : Proceedings of the 11th International conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear power System – Water Reactors, 2003

- [Peng2013] Q. Peng, J. Hou, Y. Takeda, T. Shoji, "Effect of chemical composition on grain boundary microchemistry and stress corrosion cracking in Alloy 182", Corrosion science, vol 67, p. 91-99, 2013
- [Pilvin1990] P. Pilvin, "Approches multiéchelles pour la prévision anélastique des métaux", Thèse, Université Pierre et Marie Curie, Paris 6, 1990
- [Priester2006] L. Priester, Les joints de grains : de la théorie à la pratique, EDP Sciences, 2006
- [Richey2005] E. Richey, D.S. Morton, M.K. Schurman, "SCC initiation testing of nickel-based alloys using in-situ monitored uniaxial tensile specimens", in : Proceedings of the 12th International conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear power System – Water Reactors, ed. T.R. Allen, P.J. King et al., TMS, p. 947-958, 2005
- [Robin2009] V. Robin, "De la modélisation numérique des procédés et du soudage en particulier au comportement mécanique des assemblages", Thèse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2009
- [Rhorer1981] R. Rhorer, "Soudage", Techniques de l'ingénieur, A780, 1981
- [Sáez2011] A. Saez-Maderuelo, L. Castro, G. de Diego, "Plastic strain characterization in austenitic steels and nickel alloys by electron backscatter diffraction", Journal of Nuclear Materials, vol 416, p. 75-79, 2011
- [St-Pierre2008] L. St-Pierre, E. Héripré, M. Dexet, J. Crépin, G. Bertolino, N. Bilger, "3D simulations of microstructure and comparison with experimental microstructure coming from O.I.M analysis", International journal of plasticity, vol 24, p. 1516-1532, 2008
- [Scenini2008] F. Scenini, R.C. Newmann, R.A. Cottis, R.J. Jacko, "Effect of surface preparation on intergranular stress corrosion cracking of Alloy 600 in hydrogenated steam", Corrosion, vol 64, 11, p. 824-835, 2008
- [Schmid1935] E. Schmid, W. Boas, Kristallplastizität : Mit Besonderer Berücksichtigung der Metalle, Springer, 1935
- [Scott2001] P. Scott, C. Benhamou, "An overview of recent observations and interpretations of IGSCC in nickel base alloys in PWR primary water", in : Proceedings of the 10th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems—Water Reactors, NACE, 2001
- [Scott2005] P. Scott, M. Foucault, B. Brugier, J. Hickling, A. McIlree, "Examination of stress corrosion cracks in Alloy 182 weld metal after exposure to primary water", in : Proceedings of the 12th International conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear power System – Water Reactors, ed. T.R. Allen, P.J. King et al., TMS, p. 497-507, 2005
- [Scott2007] P. Scott, MC. Meunier, F. Steltzlen, O. Calonne, M. Foucault, P. Combrade, C. Amzallag, "Comparison of laboratories and field experience of PWSCC in Alloy 182 weld metal", in : Proceedings of the 13th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-Water Reactors, Colorado Springs, 2007
- [Sennour2013] M. Sennour, E. Chaumun, J. Crépin, C. Duhamel, F. Gaslain, C. Guerre, I. de Curières, "TEM investigations on the effect of chromium content and of stress relief treatment on precipitation in Alloy 82", Journal of nuclear materials, vol 442, 1-3, p. 262-289, 2013
- [Staehle2011] R.W. Staehle, "Quantitative Micro-Nano (QMN) approach to SCC mechanism and prediction – starting a third meeting", in : Proceedings of the 15th International conference

on Environmental Degradation of Materials in Nuclear power System – Water Reactors, p. 1535-1625, 2011

[Tezenas2009] H. Tezenas du Montcel, L. Nazé, V. Maurel, N. Souai, R. Logé, J.Y. Guedou, “Ingénierie des joints de grains dans les alliages à base de Nickel”, in : 19ème Congrès Français de Mécanique, Marseille, août 2009, 6 p.

[Vaillant1999] F. Vaillant, J.D. Mithieux, O. de Bouvier, D. Vançon, G. Zacharie, Y. Brechet, F. Louchet, “Influence of chromium content and microstructure on creep and PWSCC resistance of Nickel base alloys”, in : Proceedings of the 9th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-Water Reactors, Colorado Springs, 1999

[Vaillant2001] F. Vaillant, “La corrosion sous contrainte dans les circuits des centrales nucléaires à eau sous pression”, Journal de Physique IV, vol 11, p. 1.17-1.26, 2001

[Vaillant2005] F. Vaillant, J-M Boursier, T. Couvant, C. Amzallag, J. Champredonde, “Influence of a cyclic loading in the initiation and propagation of PWSCC in weld metal 182”, in : Proceedings of the 12<sup>th</sup> International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-Water Reactors, ed. T.R. Allen, P.J. King et al., TMS, p. 557-564, 2005

[Vaillant2006] F. Vaillant, J-M. Boursier, C. Amzallag, C. Bibollet, S. Pons, “Environmental behaviour and weldability of Ni-base weld metals in PWRs”, in : Proceedings of Fontevraud VI, Contribution of materials investigations to improve the safety and performance of LWRs, 2006

[Vaillant2007] F. Vaillant, J.M. Boursier, L. Legras, B. Yrieix, E. Lemaire, J. Champredonde, C. Amzallag, “A review of weldability and SCC behaviors of Ni-base weld metals in laboratory PWR environment”, in : Proceedings of the 13<sup>th</sup> International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-Water Reactors, Colorado Springs, Colorado, 2007

[Was1992] G.S. Was, “Microchemical and microstructural effects on stress corrosion cracking of nickel-base alloys”, in : Parkins Symposium on Fundamental Aspects of Stress Corrosion Cracking, 1992

[Wehbi2014] M. Wehbi, “Modélisation de l’amorçage de la Corrosion Sous Contrainte dans les alliages base nickel 182 et 82 en milieu primaire des Réacteurs à Eau sous Pression”, Thèse, Ecole des Mines de Paris, 2014

[White2005] G. A. White, N.S. Nordmann, J. Hickling, C.D. Harrington, “Development of crack growth rate disposition curves for primary water stress corrosion cracking (PWSCC) of Alloy 82, 182 and 132 weldments”, in : Proceedings of the 12th International conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear power System – Water Reactors, ed. T.R. Allen, P.J. King et al., TMS, p. 511-531, 2005

[Xie2016] Y. Xie, Y. Wu, J. Burns, J. Zhang, “Characterization of stress corrosion cracks in Ni-based weld alloys 52, 52M et 152 grown in high-temperature water”, Materials Characterization, vol 112, p. 87-97, 2016

[Yamamoto2006] Y. Yamamoto, K. Nakata, M. Ozawa, K. Yoshimoto, H. Kanasaki, M. Tomimatsu, J. Okuda, “Development of crack growth rate curves for stress corrosion cracking of nickel based alloys in a simulated primary water environment”, in : Proceedings of Fontevraud VI, Contribution of materials investigations to improve the safety and performance of LWRs, 2006

[Yamazaki2008] S. Yamazaki, Z.P. Lu, Y. Ito, Y. Takeda, T. Shoji, "The effect of prior deformation on stress corrosion cracking growth rates of Alloy 600 materials in a simulated pressurized water reactor primary water", Corrosion Science, vol 50 , p. 835-846, 2008

[Yonezawa1988] T. Yonezawa, N. Sasaguri, K. Onimura, "Effect of factors on stress corrosion cracking of Ni-base alloys in high temperature water", in : Proceedings of JAIF International conference on water chemistry in nuclear power plants – Operational Experience and New Technologies for Management, 1988

[Young2002] G.A. Young, C.K. Battige, N. Lewis, M.A. Penik, "Factor affecting the hydrogen embrittlement resistance of Ni-Cr-Mn-Nb welds", in : Proceedings of the 6<sup>th</sup> trends in welding research conference, 2002

[Young2005] G.A. Young, W.W. Wilkening, D.S. Morton, E. Richey, N. Lewis, "The mechanism and modeling of intergranular stress corrosion cracking of nickel-chromium-iron alloys exposed to high purity water", in : Proceedings of the 12th International conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear power System – Water Reactors, ed. T.R. Allen, P.J. King et al., TMS, p. 913-922, 2005

[Zebulon1999] ZSeT/ZéBuLoN





## **Annexes**



## Annexe 1 : Tableau de synthèse non exhaustif des couches d'oxyde observées en surface des alliages à base de nickel

Référence	Milieu	Température	Matériaux	Couche externe	Couche interne	Autres
[Delabrouille2005]	Milieu primaire REP	360°C	A600 (teneur en chrome entre 5% et 30%)	Filaments d'oxyde fortement présents sur les alliages à base de nickel avec une faible teneur en chrome : riche en Ni ou spinel $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ Cristallites : petits cristallites env. 10 nm et des gros cristallites env. 100 nm jusqu'à quelques microns ( $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ou Cr-Fe-Ni)	Oxyde chrome ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ )	Appauvrissement en chrome en dessous de la couche d'oxyde
[Panter2006]	Milieu primaire REP	360°C	A600	Non-compacte (70 nm en moyenne d'épaisseur) composée de gros cristallites (200 nm) éparsses de type $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ et de petits cristallites (50 nm) en plus forte quantité $\text{Ni}(\text{Cr,Fe})_2\text{O}_4$	Oxyde de chrome ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) d'env. 10 nm	Appauvrissement en chrome en dessous de la couche d'oxyde Pénétrations d'oxyde au niveau des joints de grains
[Liu2009]	Milieu primaire REP	300°C	A 182	Fine couche de $\text{Ni}(\text{OH})_2$ en extrême surface	Une double couche : $\text{FeCr}_2\text{O}_4$ et $\text{Cr}_2\text{O}_3$	
[Dozaki2010]	Milieu primaire REP	320°C	A600 A182	Présence plus ou moins forte de filaments d'oxydes en surface suivant le taux d'hydrogène dissout dans le milieu Deux populations de cristallites (petits et gros)	Fine et continue : $\text{Cr}_2\text{O}_3$	Appauvrissement en chrome ou enrichi en nickel en dessous de la couche d'oxyde Pénétration d'oxygène aux joints de grains
[Marchetti2010]	Milieu primaire REP	325°C	A600 A690	Critallites de magnétite $\text{NiFe}_2\text{O}_4$	Compacte composée de : $\text{NiFeCr}_2\text{O}_4$ , $\text{Cr}_2\text{O}_3$	
[Devine2011]	Milieu primaire REP	320°C	A600	Spinel : $(\text{Fe,Ni})(\text{Cr,Fe})_2\text{O}_4$	Oxyde de type $\text{M}_2\text{O}_3$ riche en chrome donc $\text{Cr}_2\text{O}_3$	
[Figueiredo2011]	Milieu primaire REP	320°C	A600 A182 A52	Différents types de cristallites : aiguilles (NiO) et des petits (200-300 nm) et gros cristallites (3 $\mu\text{m}$ ) riches en Fe, Ni et Cr	Partie supérieure de la couche interne riche en Ni et Cr	
[Chaumon2012]	Milieu primaire REP	340°C	A82	Différents types de cristallites : filaments et gros cristallites de type NiO et des petits cristallites spinel de type $\text{NiFe}_2\text{O}_4$	Double couche compacte : la partie supérieure de type spinel $(\text{Ni,Fe})(\text{Cr,Fe})_2\text{O}_4$ et une partie inférieure de type $\text{NiCr}_2\text{O}_4$	Pénétration d'oxyde de chrome ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ )
	Vapeur d'eau hydrogénée	400°C	A82	Cristallites de type spinel $\text{NiFe}_2\text{O}_4$	Double couche compacte : la partie supérieure de type spinel $\text{NiCr}_2\text{O}_4$ et une partie inférieure de type $\text{Cr}_2\text{O}_3$	Pénétration d'oxyde de type spinel $\text{NiCr}_2\text{O}_4$



## Annexe 2 : Description des procédés de soudage GTAW et FCAW (dérivé du GMAW)

### GTAW (Gas Tungsten Arc Welding) / TIG (Tungsten Inert Gas)

Le matériel nécessaire pour réaliser une soudure avec le procédé GTAW, appelé aussi soudage à l'arc TIG (*Tungsten Inert Gas*), est composé d'un générateur relié à une bouteille de gaz et à une torche (électrode réfractaire). La bouteille de gaz est utilisée afin de pouvoir créer au cours du soudage une atmosphère inerte dans la zone à souder dans le but de limiter à la fois l'introduction des impuretés et l'oxydation. Les gaz généralement utilisés sont l'argon, l'hélium et l'azote. L'argon est le gaz qui peut être retenu pour tous types de soudage.

La Figure annexe 1 permet de représenter schématiquement le procédé de soudage. L'arc électrique formé entre la torche et le métal de base est la source de chaleur. Parallèlement à cet arc électrique, le métal d'apport est positionné dans le bain de fusion produit par l'arc électrique afin qu'il puisse également être fondu et être déposé.

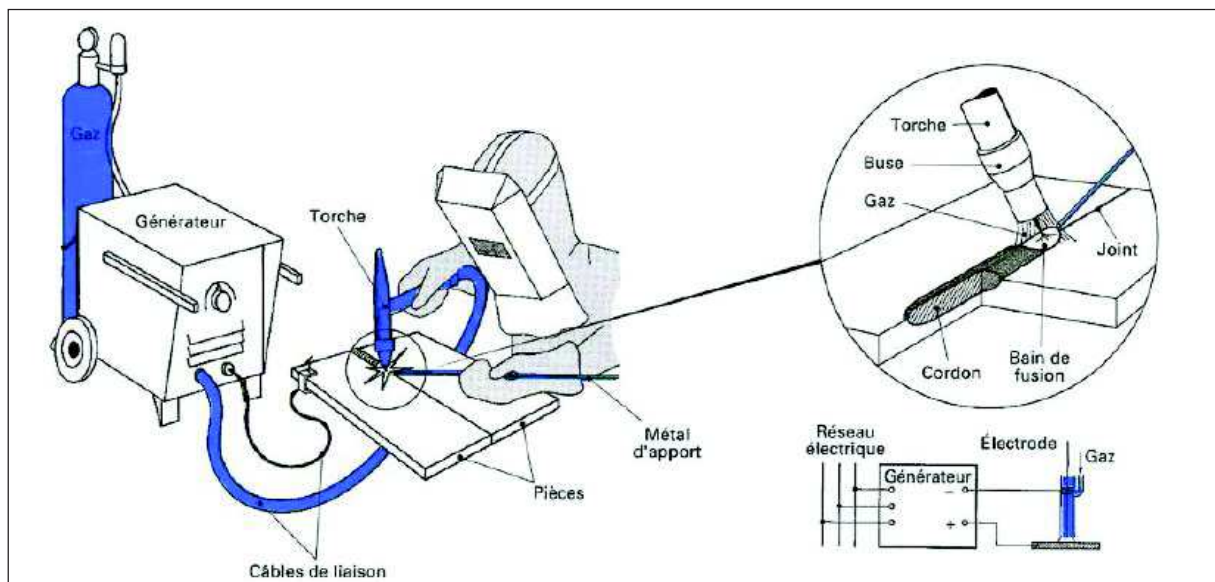


Figure annexe 1 : Principe du procédé de soudage GTAW [Cazes1995]

### FCAW (Flux Cored Arc Welding)

Le procédé de soudage FCAW est un procédé semblable à celui du procédé GMAW (Gas Metal Arc Gas), appelé aussi soudage MIG/MAG (*Metal Inert Gas/Metal Active Gas*), avec l'apport d'un fil fourré dans le processus de soudage.

Le procédé de soudage GMAW est un procédé de soudage qui peut être semi-automatique ou automatique. Le procédé de soudage GMAW fait intervenir une torche contenant une électrode réfractaire pour amorcer un l'arc électrique entre la torche (tube de contact) et les métaux à souder pour y déposer le métal d'apport qui lui est apporté au sein même de la torche et sous protection gazeuse (Figure annexe 2 (a.)).

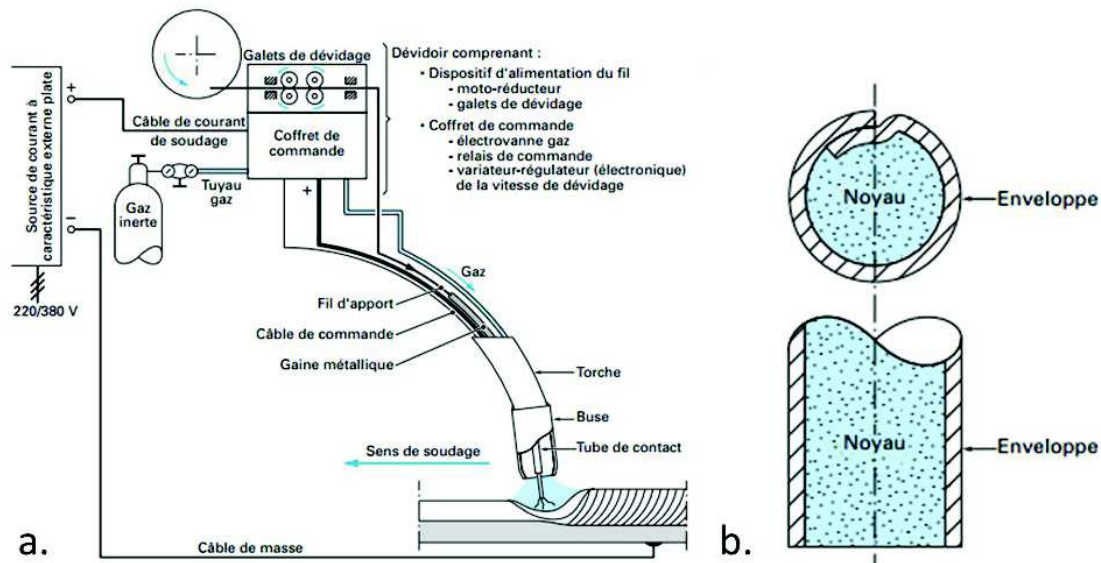


Figure annexe 2 : Schéma du procédé de soudage MIG/MAG (a.) et vue de dessus et en coupe du file utilisé pour le procédé FCAW (b.) [Cunat2000]

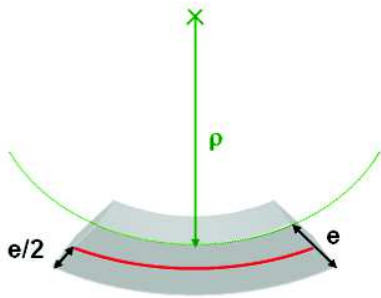
Le matériel nécessaire pour la réalisation du soudage par procédé FCAW est donc le même que celui du procédé précédent soit un générateur de courant, un ensemble mécanique permettant de dérouler et d'entraîner la bobine de fil (métal d'apport), une bouteille de gaz et une torche spécifique à ce procédé de soudage.

Le métal d'apport est, quant à lui différent, puisqu'il est présenté sous la forme d'un feillard enroulé sur lui-même dans lequel est introduite une poudre compacte (flux solide) (Figure annexe 2 (b.)). La composition chimique finale doit respecter les conditions physico-chimiques demandées à l'alliage.

Les protections gazeuses dans le cas des procédés de soudage GMAW et FCAW sont des protections dites actives. Les gaz qui peuvent être utilisés sont de l'argon pur, de l'argon mélangé avec du dioxygène ou du dioxyde de carbone, ou même uniquement du dioxyde de carbone [Cazes1995].

### Annexe 3 : Mise en forme des éprouvettes U-bend : calculs théoriques pour une déformation donnée à l'apex des éprouvettes

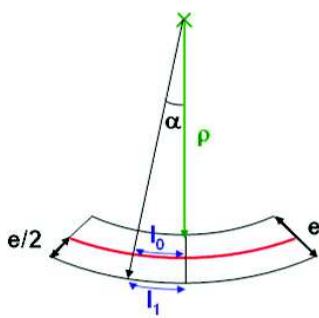
On suppose que la déformation attendue dépend du rayon de cintrage de l'apex. Les rayons de cintrage pour les différentes valeurs de déformations des éprouvettes sont estimés en considérant les lignes des déformées (livre blanc EDF). En faisant l'approximation que la fibre neutre est à mi-épaisseur, on obtient les déformations  $\varepsilon$  suivantes pour les deux surfaces opposées :



$$\text{Surface convexe : } \varepsilon = \frac{e}{e + 2\rho}$$

$$\text{Surface concave : } \varepsilon = \frac{-e}{e + 2\rho}$$

En effet, d'après la formule de déformation :  $\varepsilon = \frac{l - l_0}{l_0}$ , découlent les calculs suivants :



$$\varepsilon = \frac{l_1 - l_0}{l_0} = \frac{+\alpha(\rho + e) - \alpha\left(\rho + \frac{e}{2}\right)}{\alpha\left(\rho + \frac{e}{2}\right)}$$

$$\varepsilon = \frac{\frac{e}{2}}{\frac{e}{2} + \rho} = \frac{e}{e + 2\rho}$$

La déformation théorique au niveau de l'apex dépend donc uniquement de l'épaisseur «  $e$  » de la plaquette et du rayon de courbure «  $\rho$  » que l'on applique lors de la mise en forme par matriçage.

Dans l'étude présentée dans ce manuscrit, le choix d'une épaisseur  $e=1,5\text{mm}$  et d'un rayon de courbure de  $\rho=5,5\text{mm}$  a permis d'imposer une déformation à l'apex de 12%

## Annexe 4 : Tableau Récapitulatif des éprouvettes U-bend mises en forme pour les essais d'amorçage

Numéro d'U-bend	Moule	Etat métallurgique	Plan de prélèvement	Trajet de chargement U-bend	Etat de surface final
EP990*	A	Brut de soudage	TL	Complexe	OPS
EP991*	A	Brut de soudage	TL	Complexe	1 µm
EP992*	A	Brut de soudage	TL	Direct	1 µm
EP993*	A	Brut de soudage	TL	Direct	OPS
EP1000	A	Brut de soudage	TL	Complexe	1 µm
EP1003	A	Brut de soudage	TL	Complexe	Grenaillé
EP1291 *	A	Brut de soudage	TS	Complexe	1 µm
EP1299	A	Brut de soudage	TS	Complexe	Grenaillé
EP916	B	Brut de soudage	TL	Complexe	1 µm
EP917	B	Brut de soudage	TL	Complexe	Grenaillé
EP911	B'	Détensionné	TL	Complexe	1 µm
EP915	B'	Détensionné	TL	Complexe	Grenaillé
EP921*	B	Brut de soudage	TL	Complexe	OPS
EP922*	B	Brut de soudage	TL	Complexe	1 µm
EP899*	B'	Détensionné	TL	Complexe	OPS
EP900*	B'	Détensionné	TL	Complexe	1 µm
EP918	B	Brut de soudage	TL	Complexe	1 µm
EP906	B'	Détensionné	TL	Complexe	1 µm
EP919	B	Brut de soudage	TL	Direct	OPS
EP925	B	Brut de soudage	TL	Direct	1 µm
EP908	B'	Détensionné	TL	Direct	1 µm
EP913	B'	Détensionné	TL	Direct	OPS
EP1311 *	B	Brut de soudage	TS	Complexe	1 µm
EP1305	B	Brut de soudage	TS	Complexe	Grenaillé
EP1313 *	B'	Détensionné	TS	Complexe	1 µm
EP1314	B'	Détensionné	TS	Complexe	Grenaillé

\*Eprouvettes U-bend utilisées pour les caractérisations de la microstructure par EBSD et du comportement mécanique en surface. Ces éprouvettes sont donc revêtues de microgrilles d'or pour la corrélation d'images numériques.



## Annexe 5 : Cartographies EBSD et figures de pôles

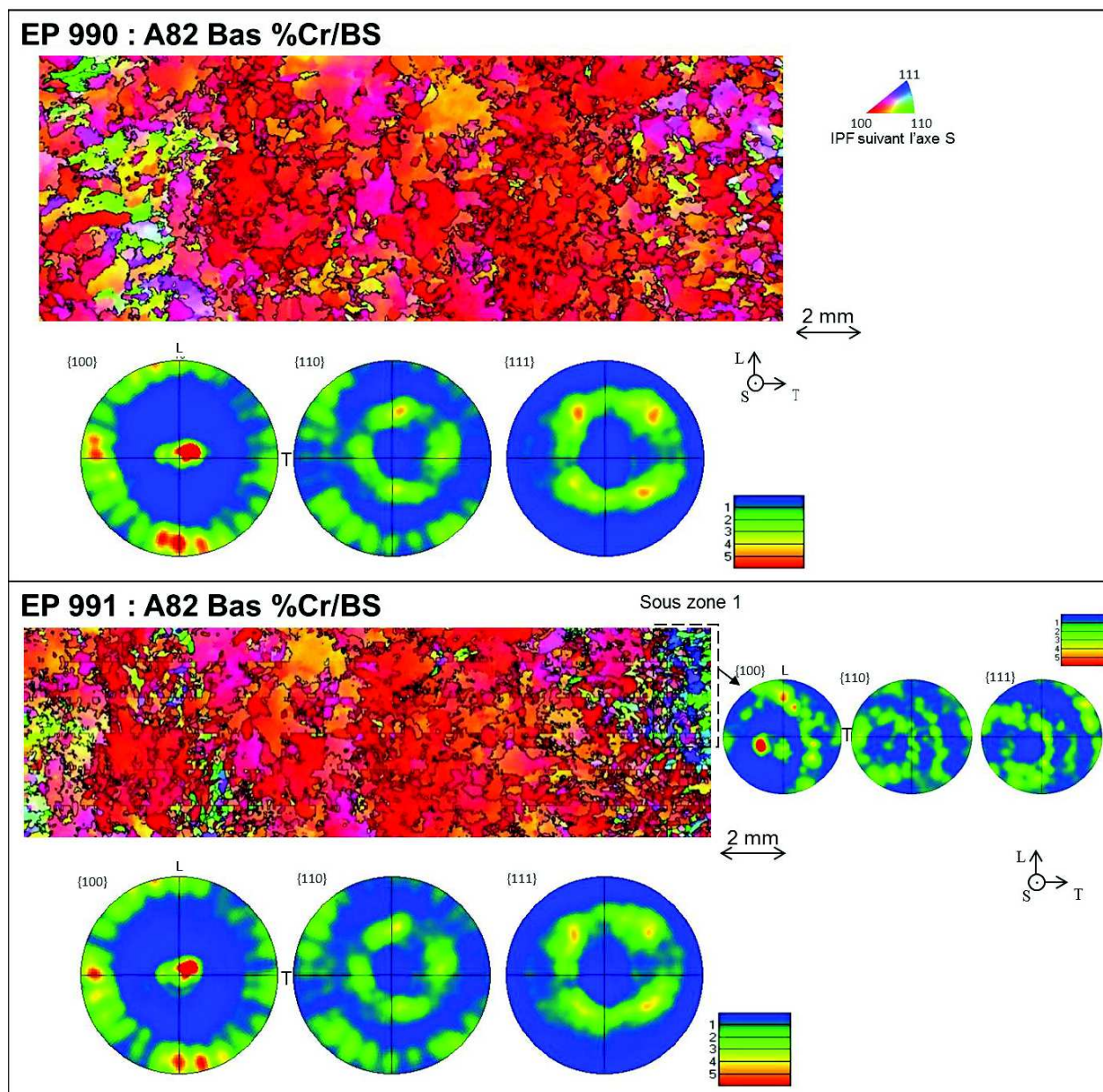


Figure annexe 3 : Cartographies EBSD et figures de pôles des prélèvements des éprouvettes EP990 et EP991 prélevées dans le plan TL du moule A



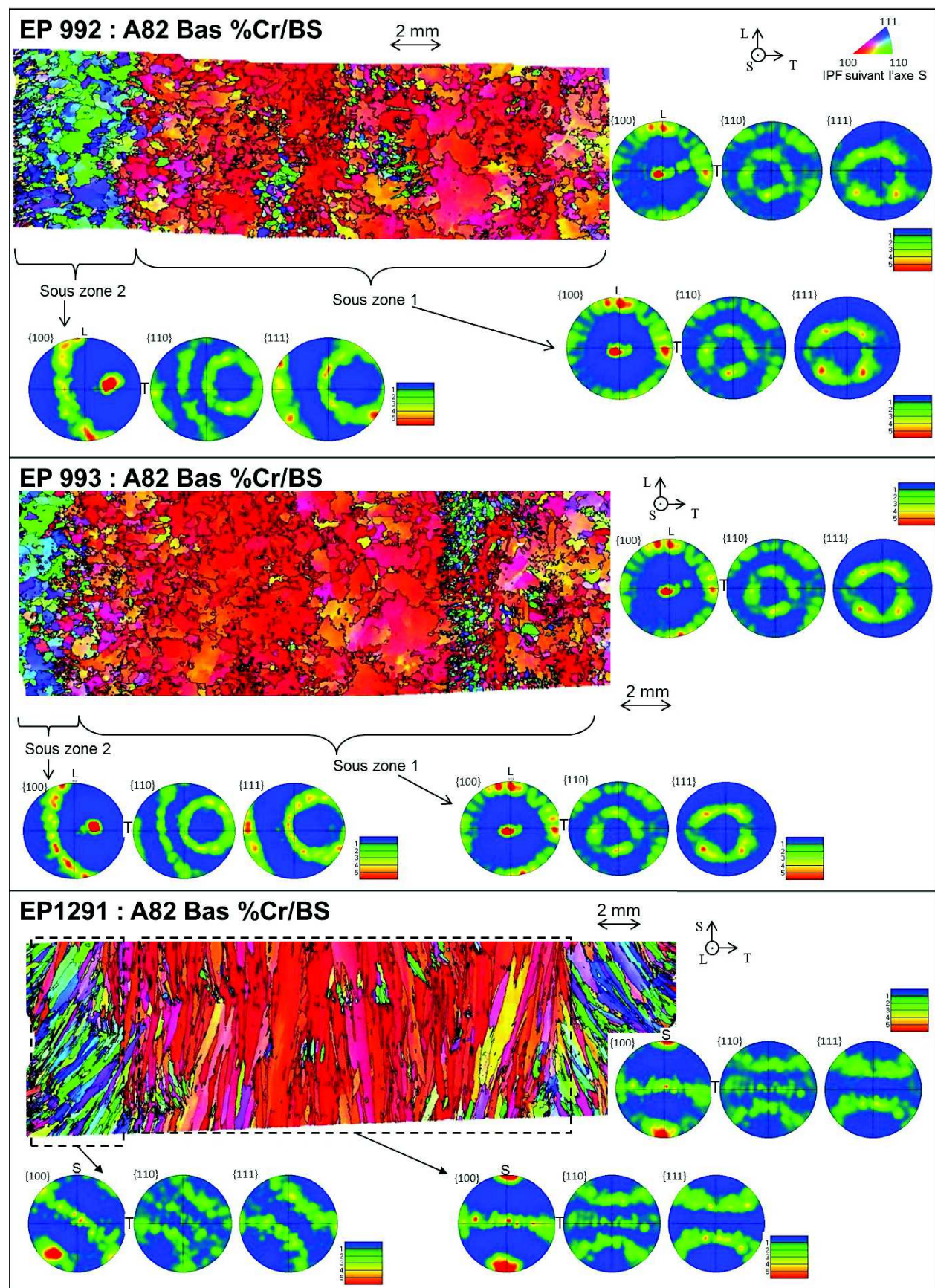


Figure annexe 4 : Cartographies EBSD et figures de pôles des prélèvements des éprouvettes EP992 et EP993 prélevées dans le plan TL du moule A et EP1291 prélevée dans le plan TS du moule A



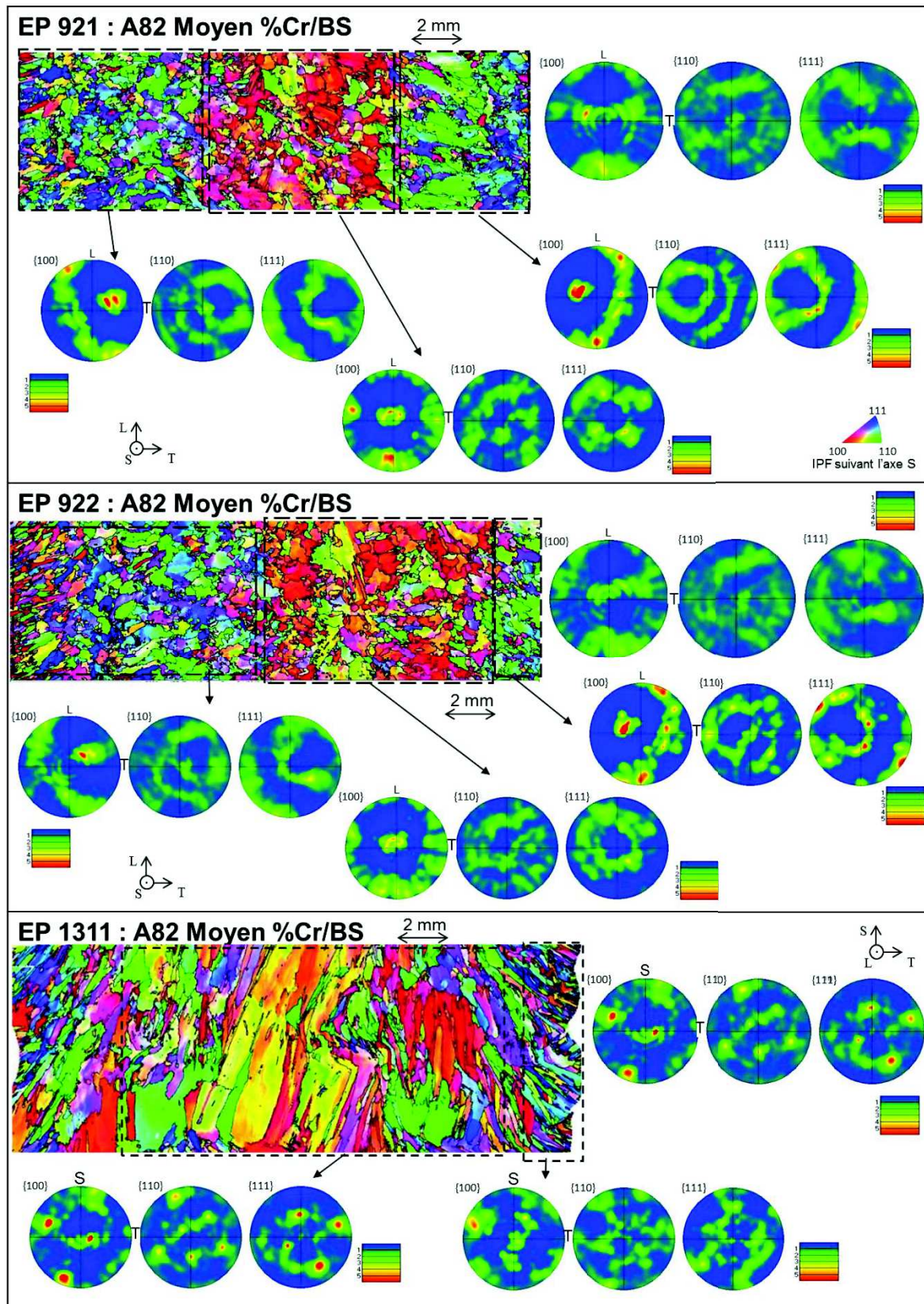


Figure annexe 5 : Cartographies EBSD et figures de pôles des prélèvements des éprouvettes EP921 et EP922 prélevées dans le plan TL du moule B et EP1311 prélevée dans le plan TS du moule B



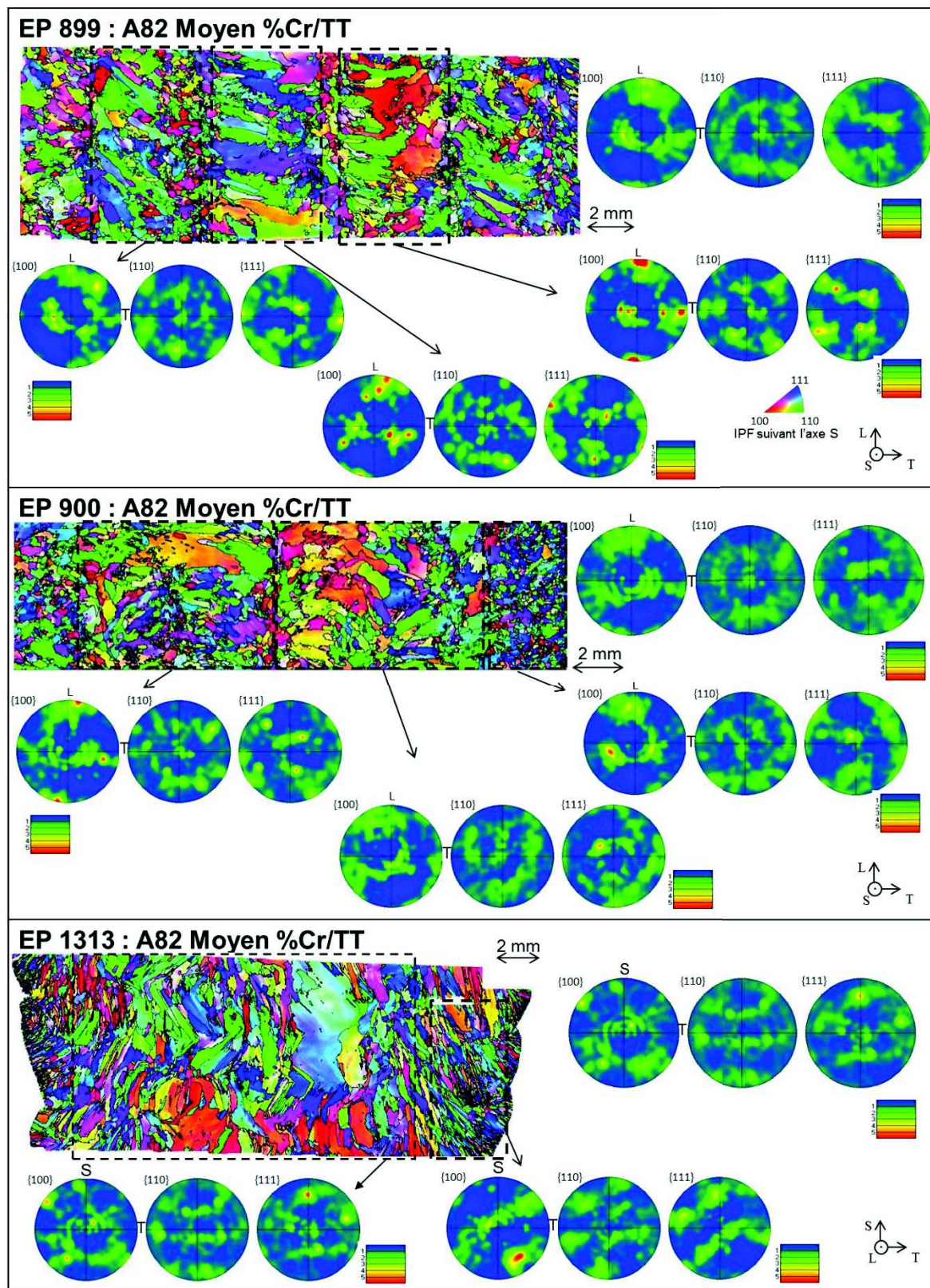


Figure annexe 6 : Cartographies EBSD et figures de pôles des prélèvements des éprouvettes EP899 et EP900 prélevées dans le plan TL du moule B' et EP1313 prélevée dans le plan TS du moule B'



## Annexe 6 : Comparaison des distributions des tailles de grains des zones caractérisées des éprouvettes des moules A, B et B' dans les deux plans de prélèvement

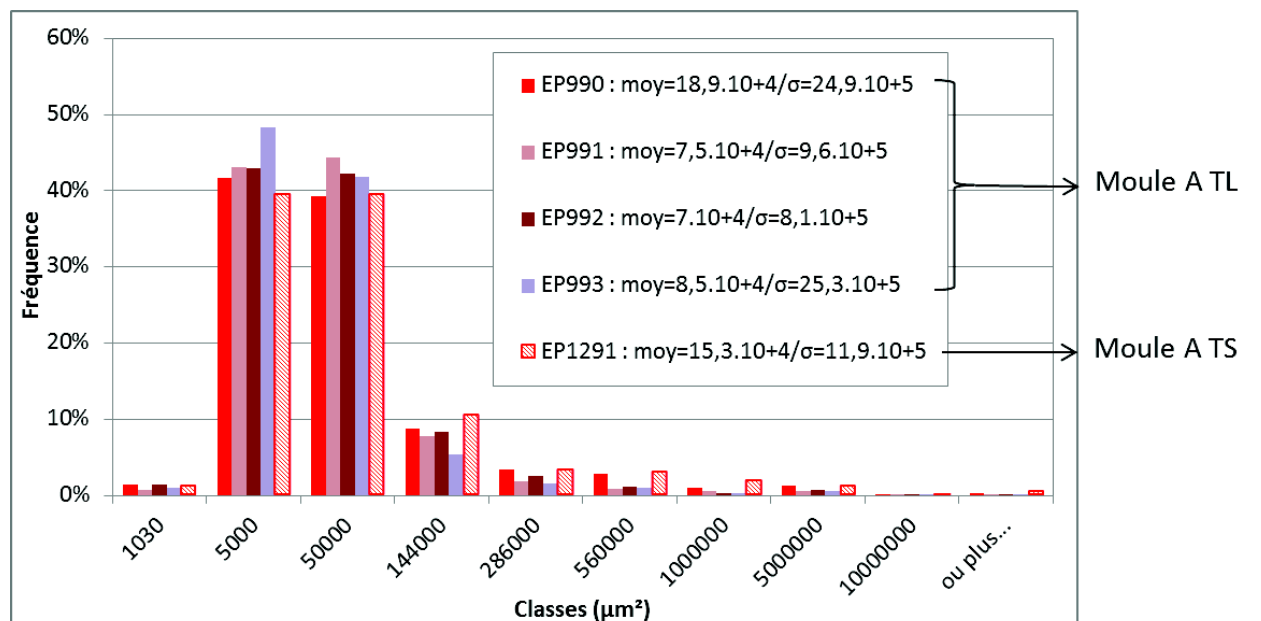


Figure annexe 7 : Epreuves U-bend du moule A/TL : EP990, EP991, EP992 et EP993 et du moule A/TS : EP1291

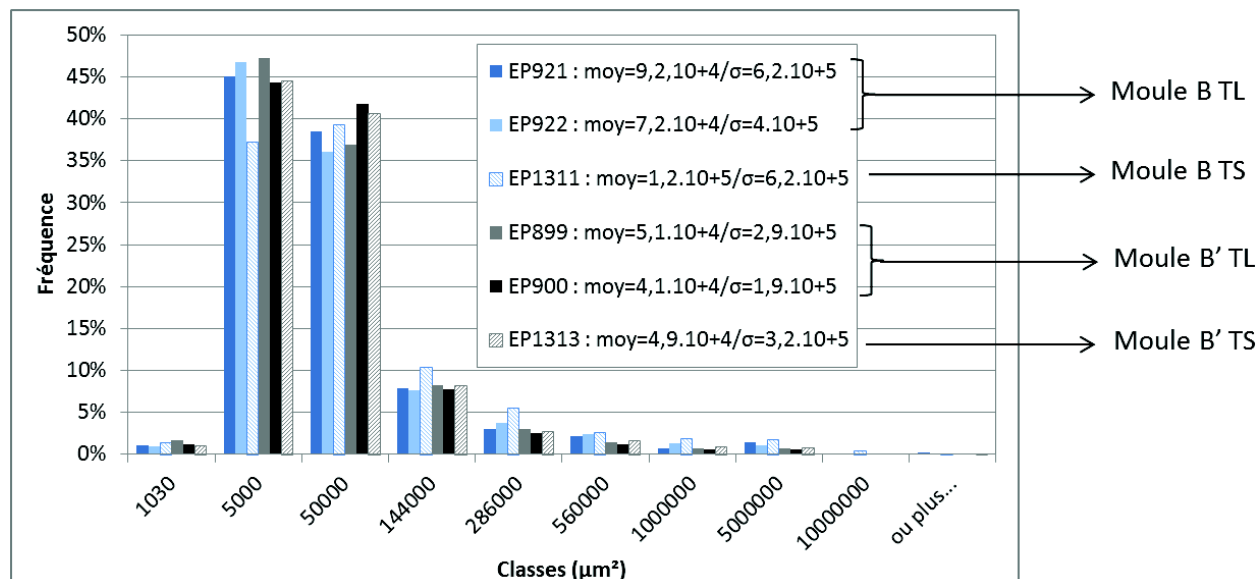


Figure annexe 8 : Epreuves U-bend du moule B/TL : EP921 et EP922, du moule B/TS : EP1311, du moule B'/TL : EP899 et EP900 et du moule B'/TS : EP1313

## Annexe 7 : Comparaison des distributions des facteurs de forme des zones caractérisées des moules A, B et B' suivant les deux plans de prélèvement

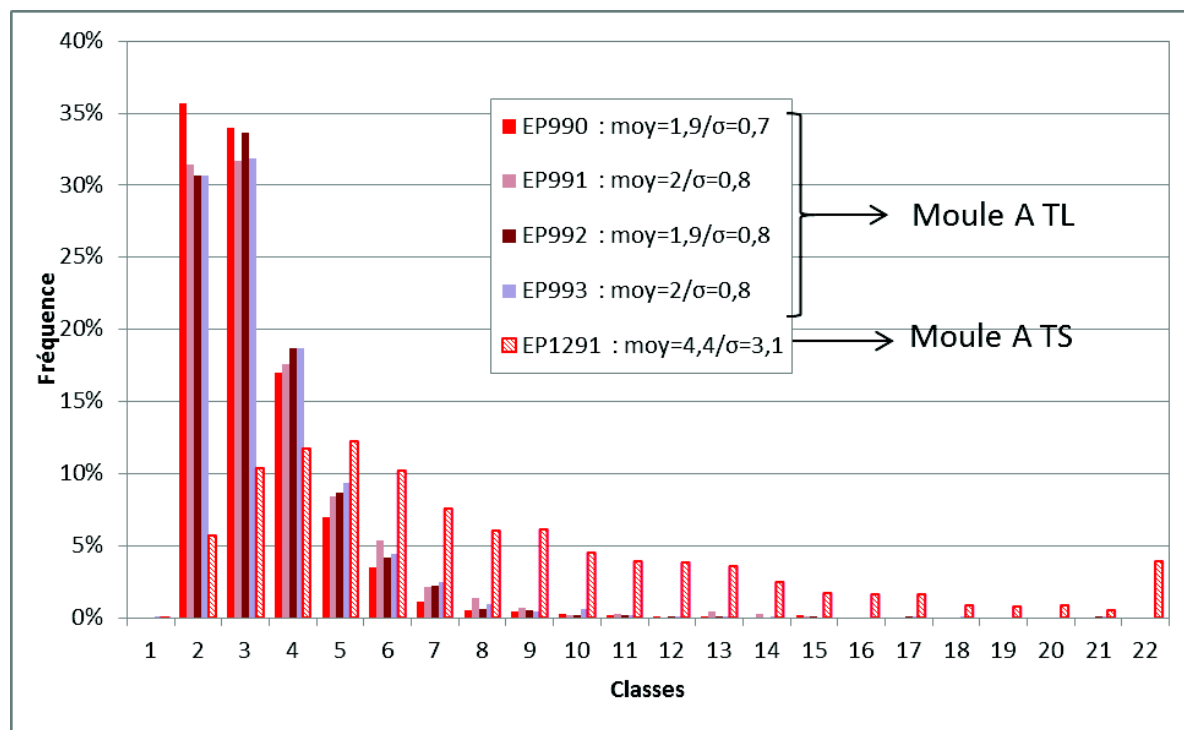


Figure annexe 9 : Eprouvettes U-bend du moule A/TL : EP990, EP991, EP992 et EP993 et du moule A/TS : EP1291

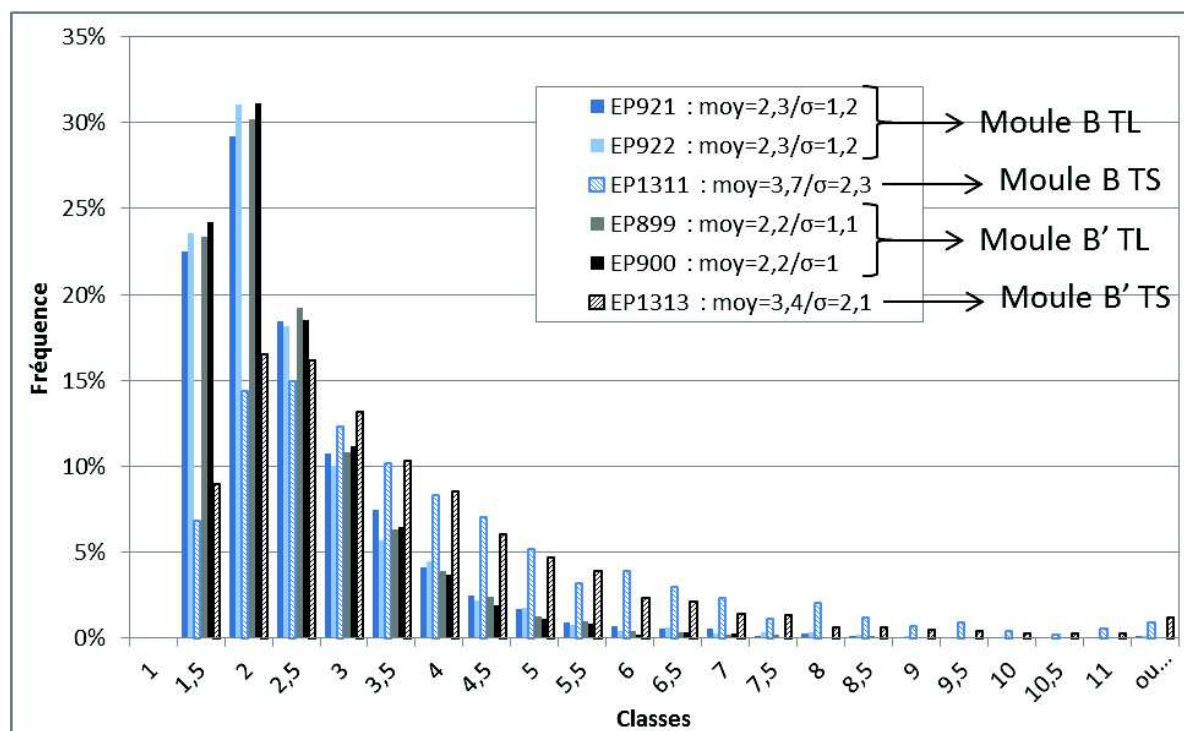


Figure annexe 10 : Eprouvettes U-bend du moule B/TL : EP921 et EP922, du moule B/TS : EP1311, du moule B'/TL : EP899 et EP900 et du moule B'/TS : EP1313

## Annexe 8 : Distributions des facteurs multiplicateurs des aires entre les grains adjacents aux fissures (noté « F ») et comparaison à la distribution sur l'ensemble des zones analysées

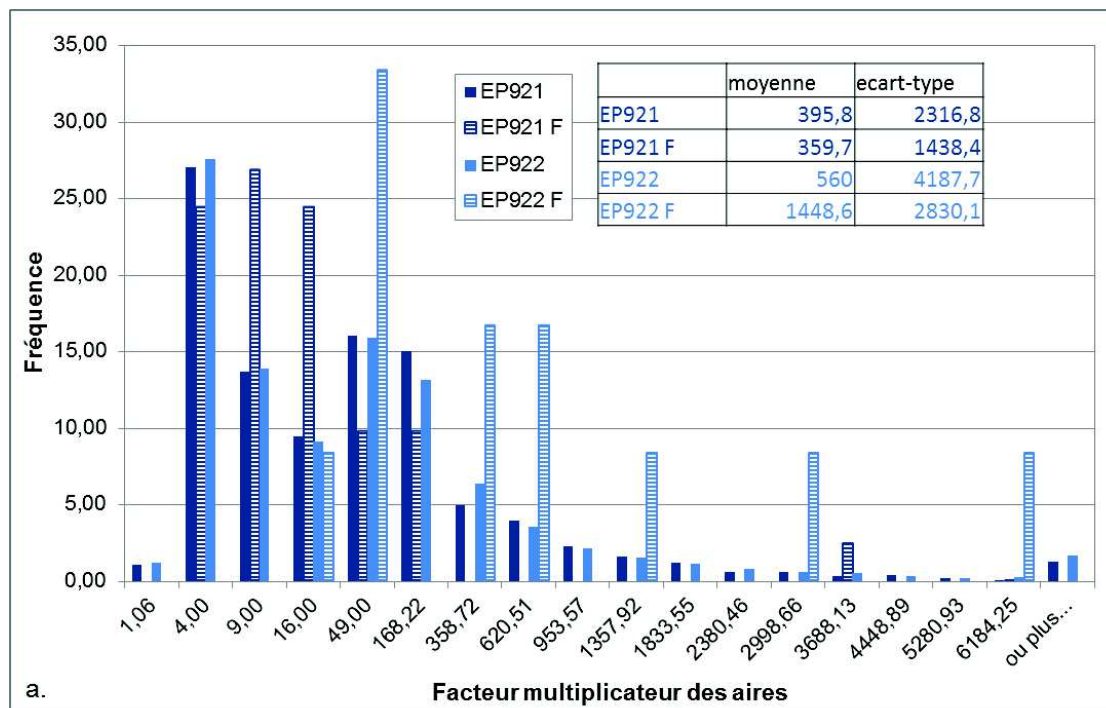


Figure annexe 11 : Epreuves U-bend du moule B/TL : EP921 et EP922

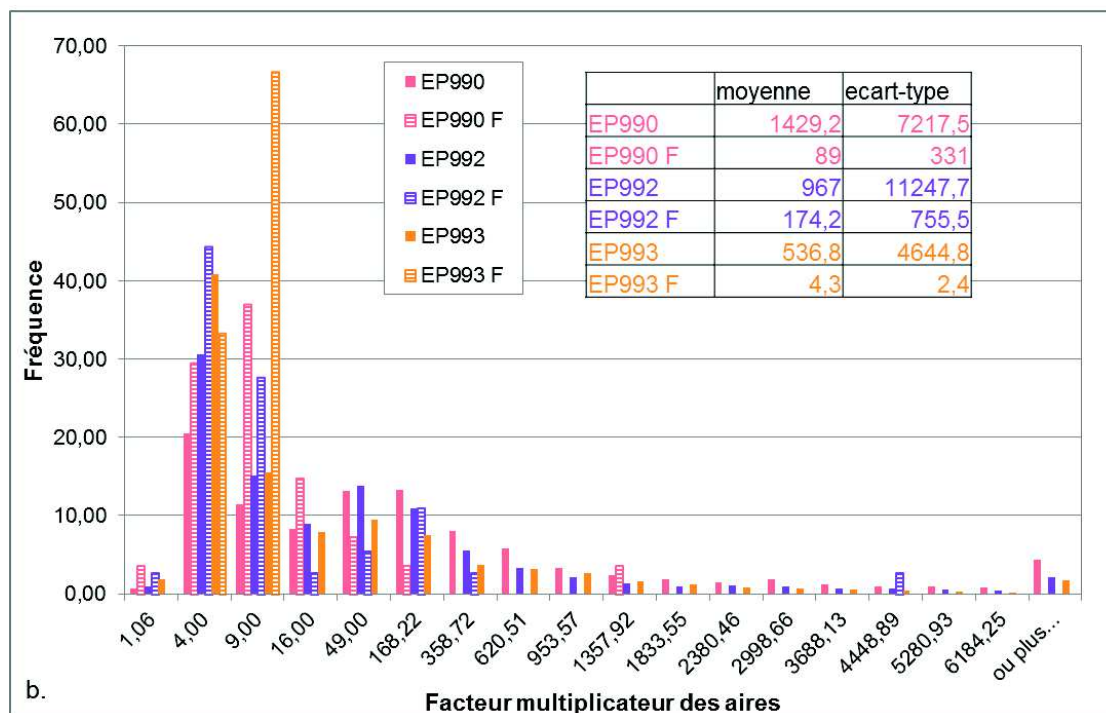


Figure annexe 12 : Epreuves U-bend du moule A/TL : EP990, EP992 et EP993

## Annexe 9 : Comparaisons des distributions des facteurs de forme entre les grains des zones analysées et les grains adjacents aux joints fissurés (noté « F »)

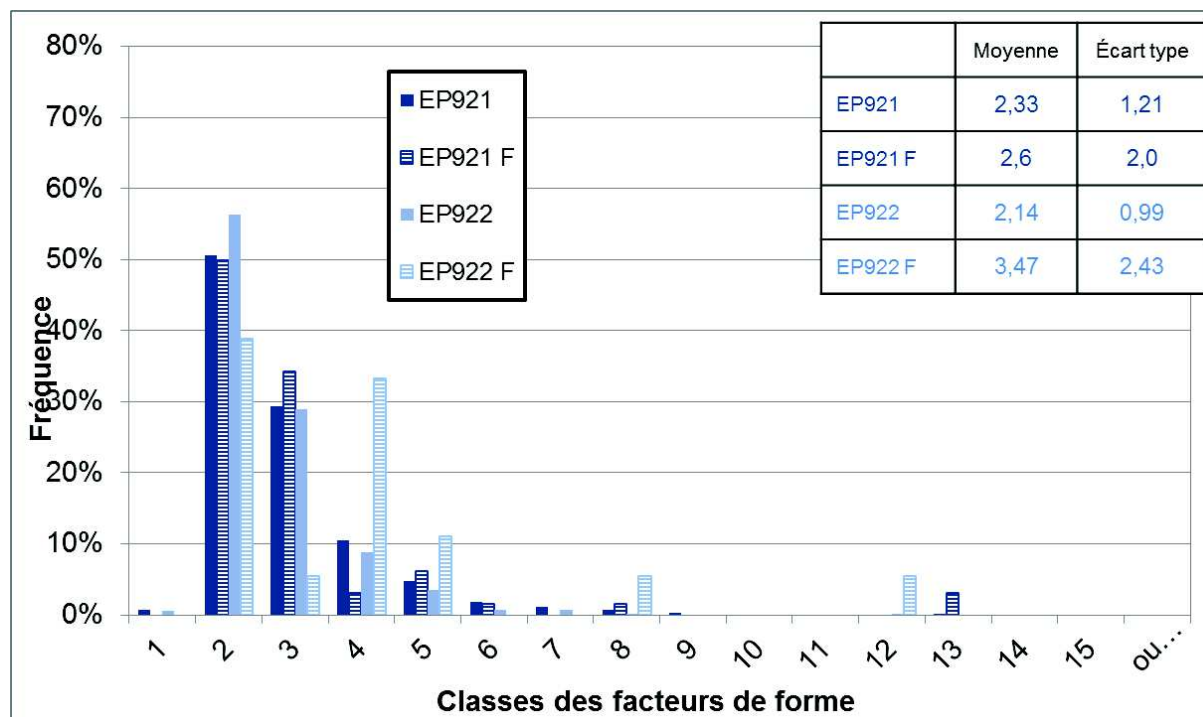


Figure annexe 13 : Eprouvettes U-bend du moule B/TL : EP921 et EP922

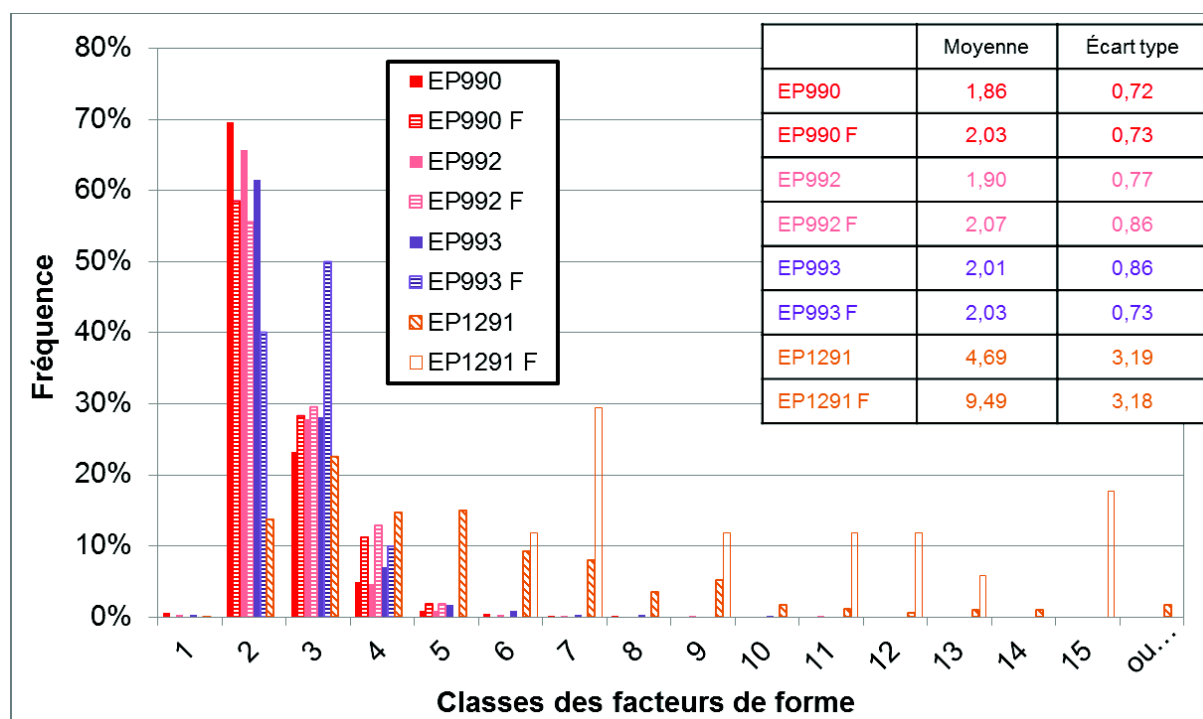


Figure annexe 14 : Eprouvettes U-bend du moule A/TL: EP990, EP992, EP993 et du moule A/TS : EP1291 (TS)



## Annexe 10 : Analyses en microsonde de Castaing des moules A, A', B et B'

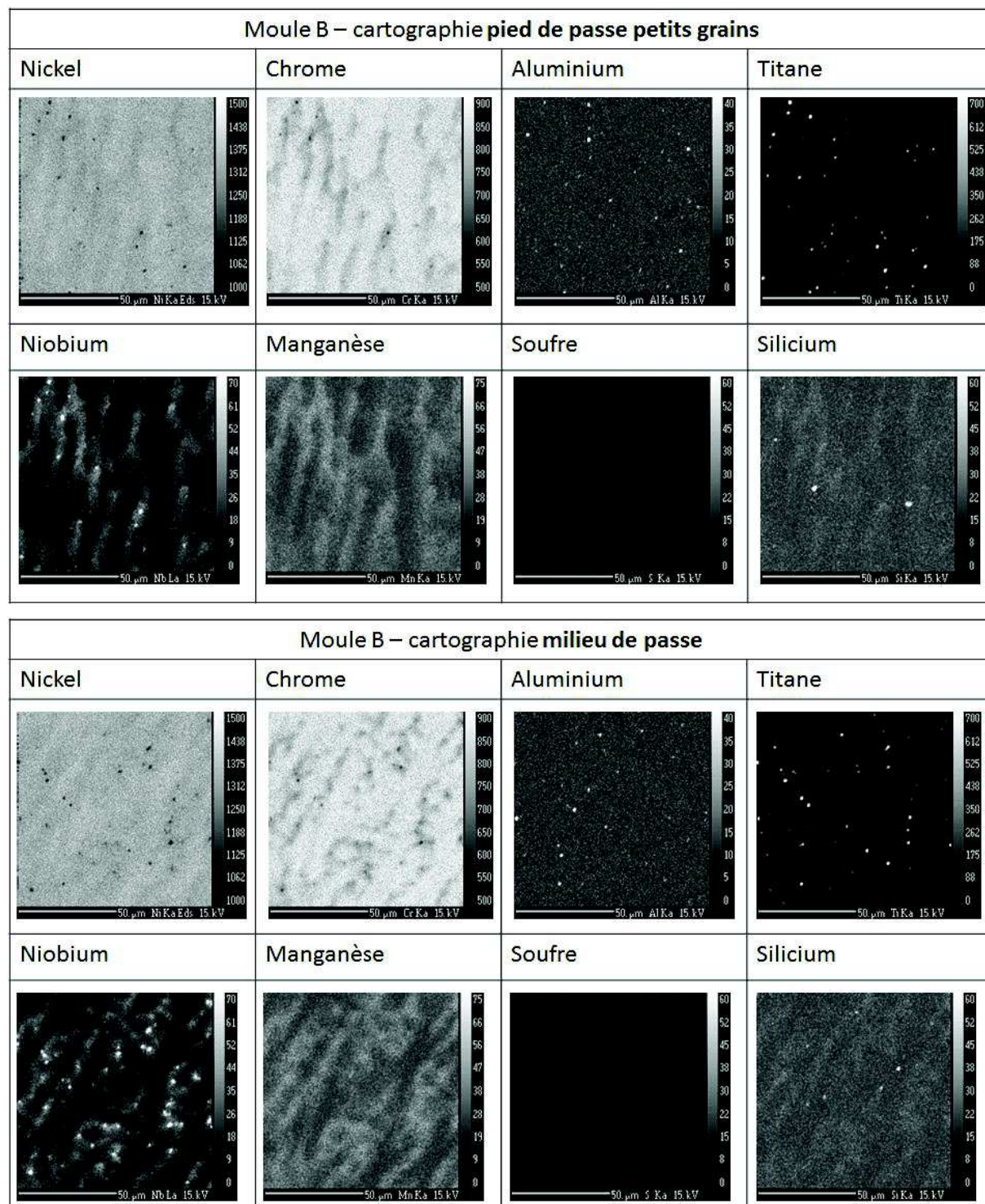


Figure annexe 15 : Analyses sur le moule B (19% chrome, 0,025% carbone, <0,001 soufre) en pied et en milieu de passe de soudage

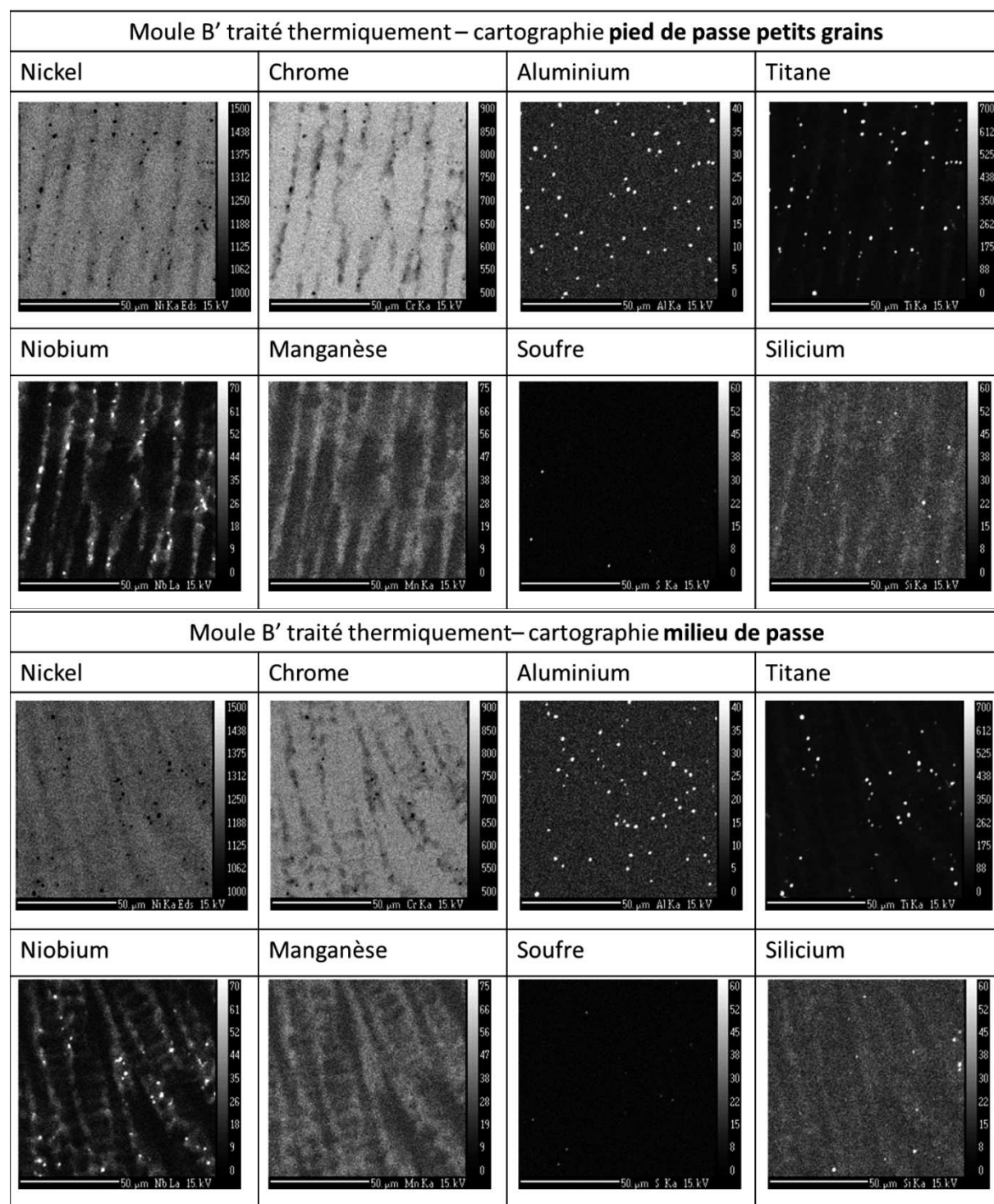


Figure annexe 16 : Analyses sur le moule B' (19% chrome, 0,025% carbone, <0,001 soufre) en pied et en milieu de passe de soudage



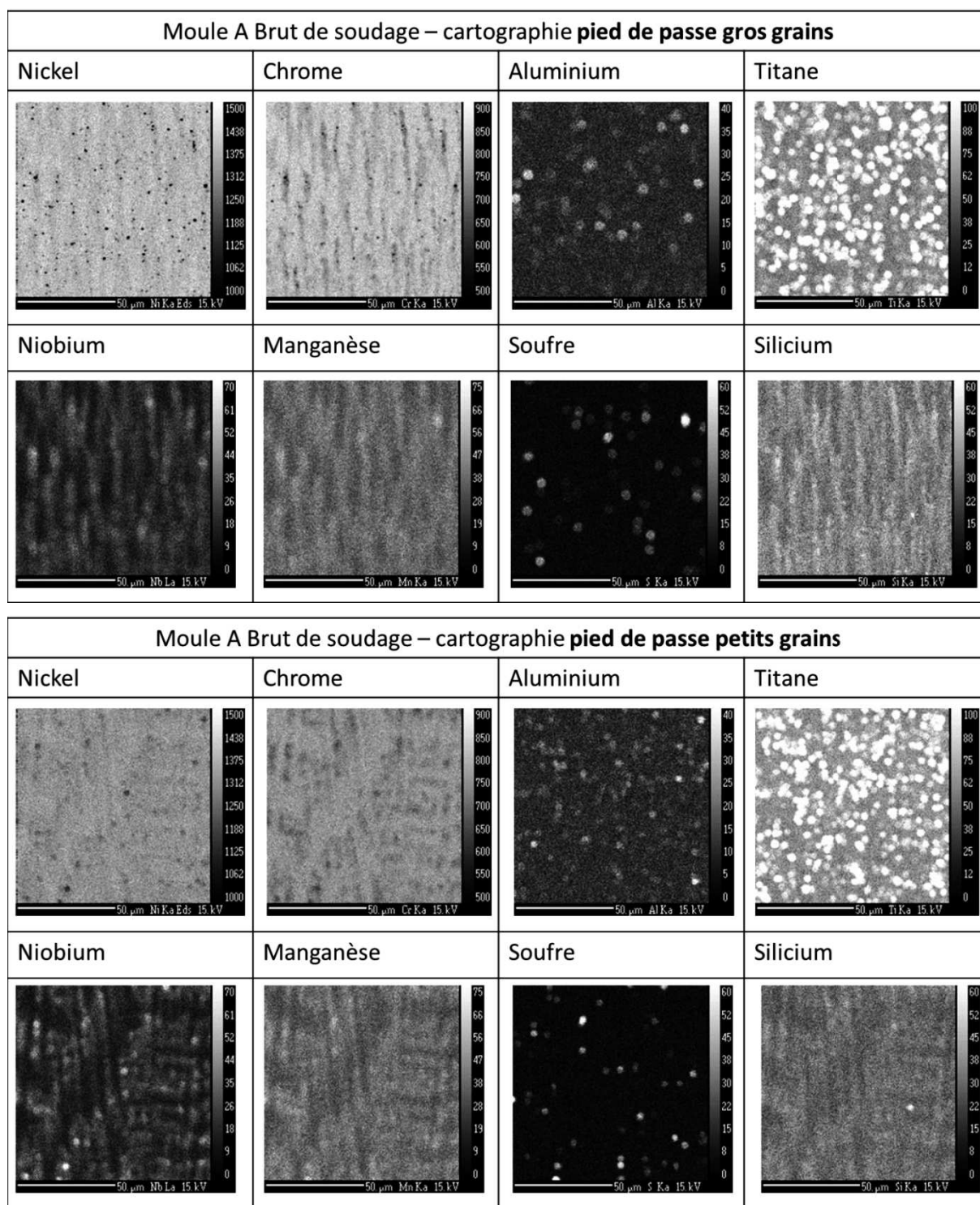


Figure annexe 17 : Analyses sur le moule A (18% chrome, 0,014% carbone, 0,017 soufre) en pied de passe de soudage avec clusters et avec des gros grains

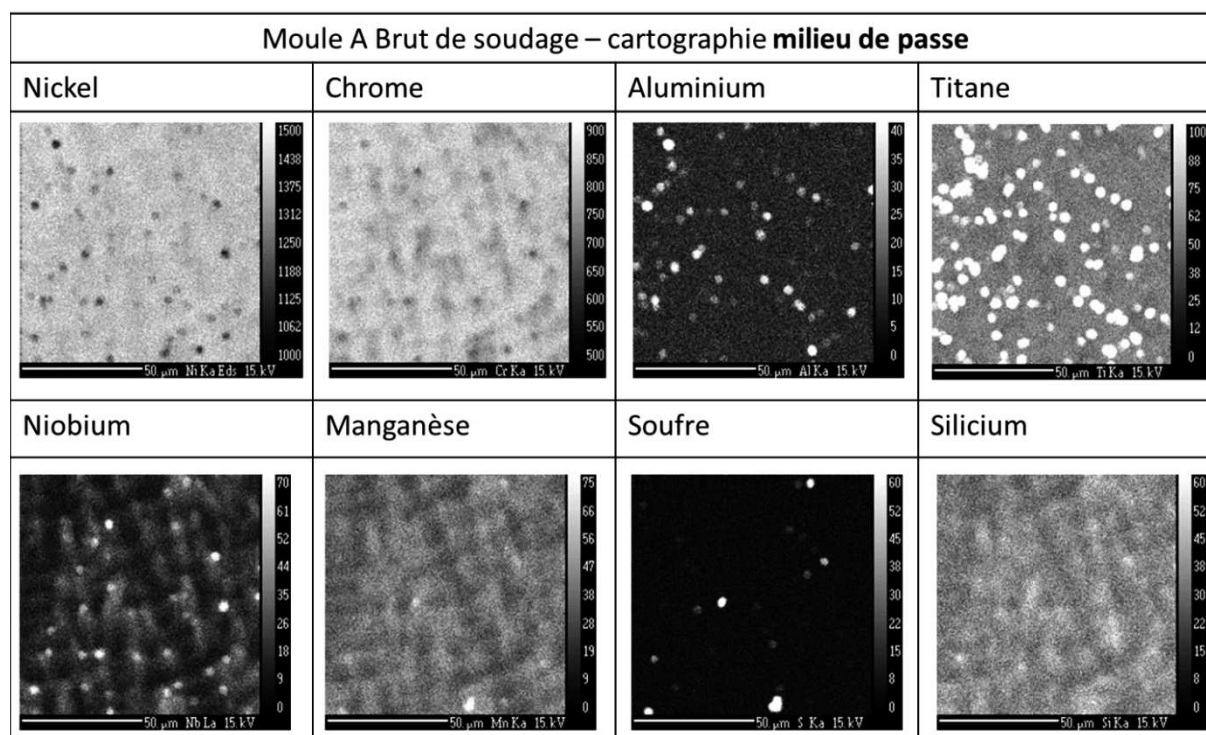


Figure annexe 18 : Analyses sur le moule A (18% chrome, 0,014% carbone, 0,017 soufre) en milieu de passe de soudage



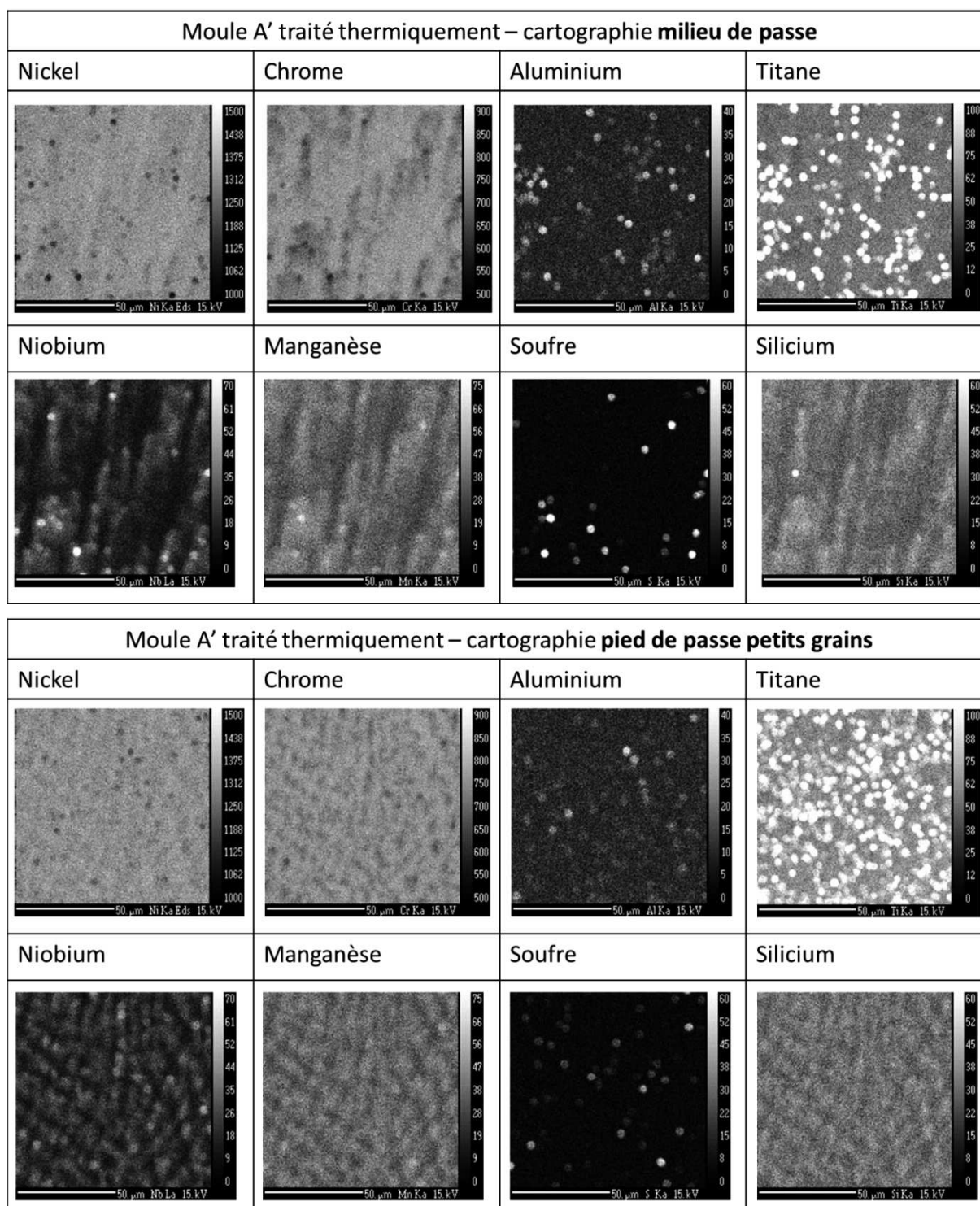


Figure annexe 19 : Analyses sur le moule A' (18% chrome, 0,014% carbone, 0,017 soufre) en milieu et pied de passe de soudage

## Annexe 11 : Analyses par SIMS réalisées sur les moules A et A'

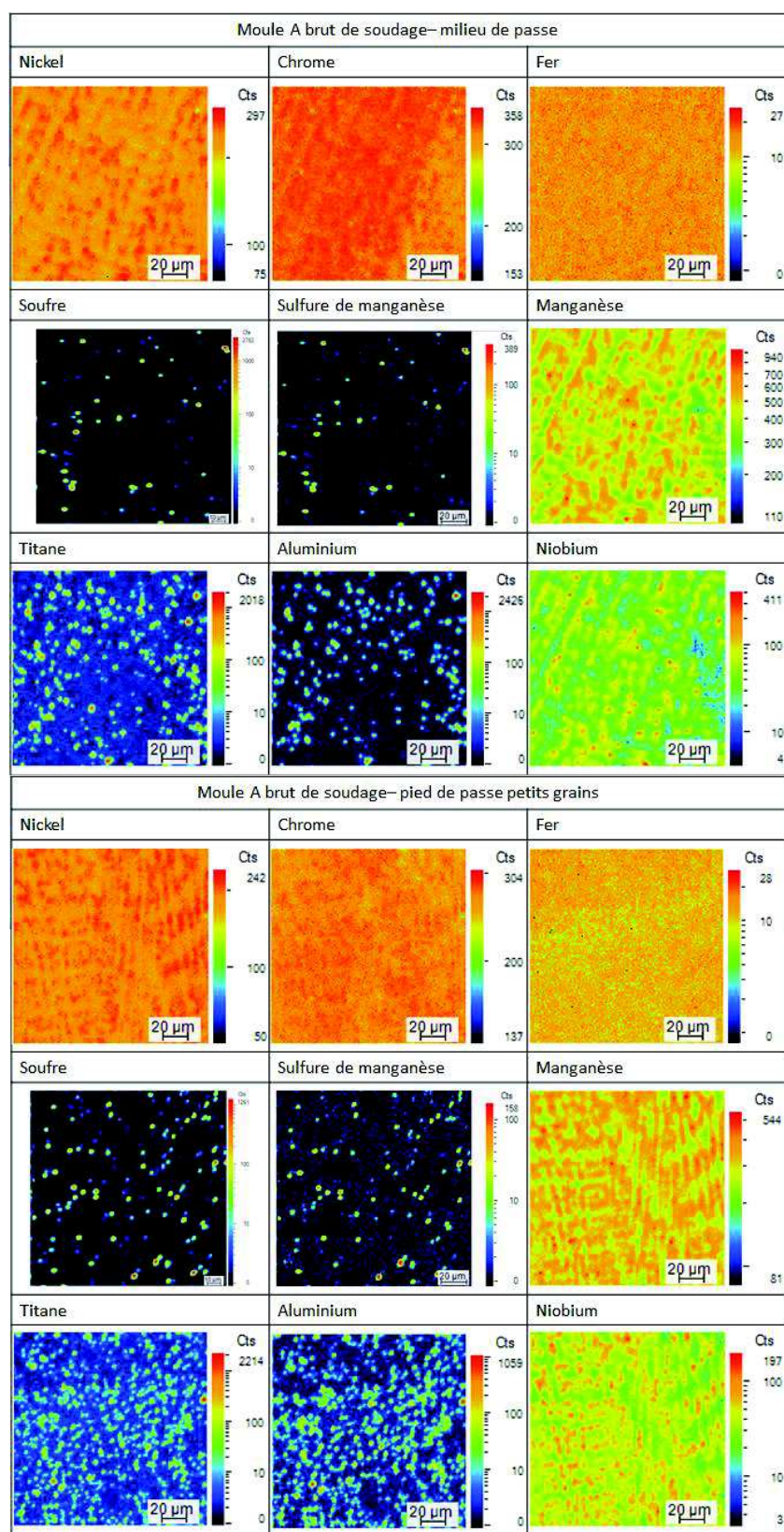


Figure annexe 20 : Analyses sur le moule A (18% chrome, 0,014% carbone, 0,017 soufre) en milieu et pied de passe de soudage



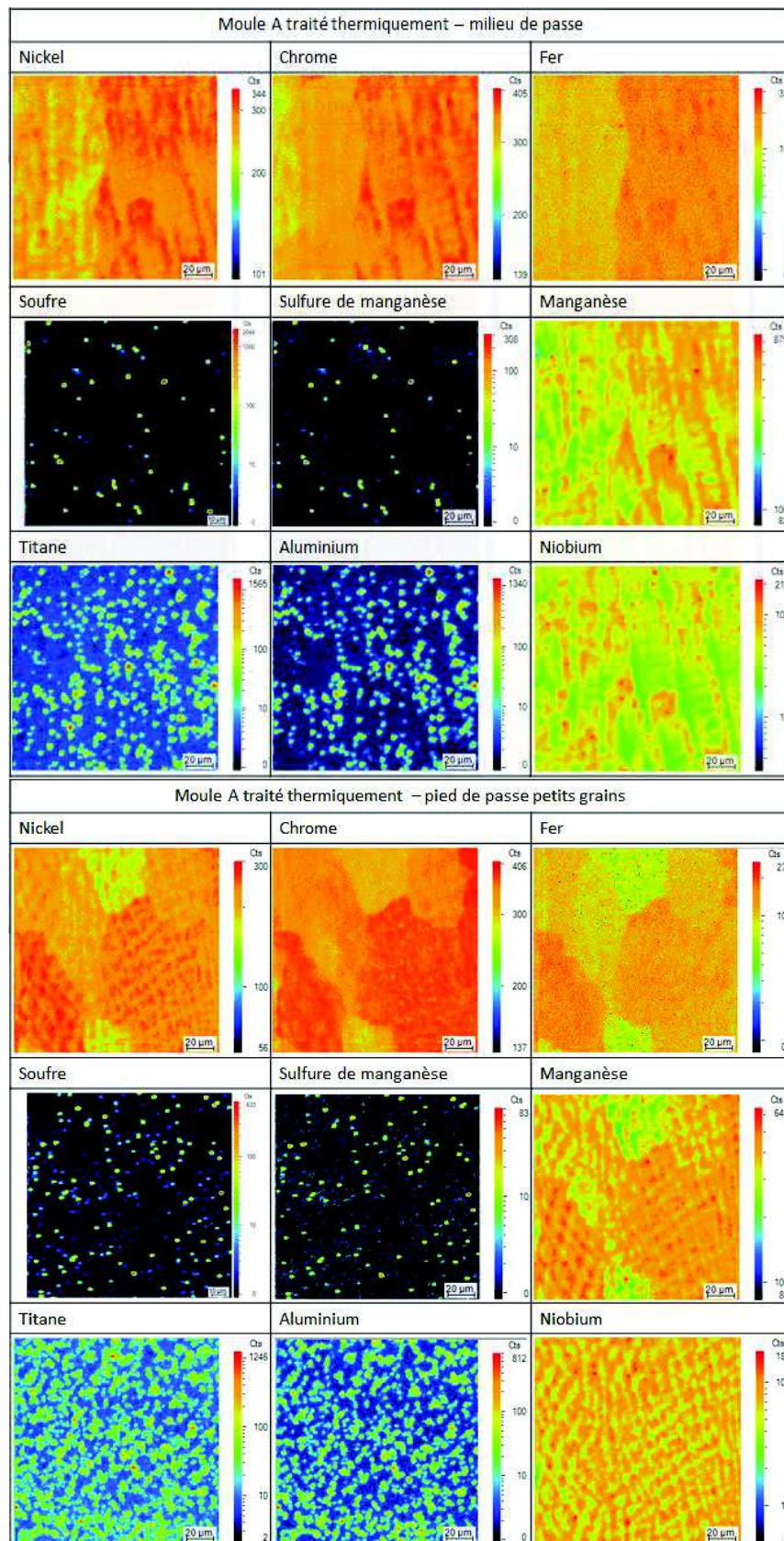


Figure annexe 21 : Analyses sur le moule A' (18% chrome, 0,014% carbone, 0,017 soufre)

## Annexe 12 : Dépôt des microgrilles à la surface des éprouvettes U-bend

L'application de marqueurs en surface des éprouvettes pour le suivi des déplacements lors d'essais mécaniques sous MEB est un moyen connu et utilisé dans de nombreuses études pour comprendre le comportement mécanique et identifier les lois de comportement des matériaux étudiés d'un point de vue expérimental mais également pour un apport aux supports numériques [Héripres2006] [St-Pierre2008] [LeMillier2014]. Les différents types de marqueurs utilisés couramment sont les mouchetis ou encore les grilles de différentes tailles qui peuvent être réalisés soit par dépôt métallique soit par gravage de la surface. Le choix d'un type de marqueur se fait en fonction du matériau étudié mais également en fonction des conditions de l'essai mécanique. En effet, lors d'un essai à très haute température, le choix de la technique se portera plus facilement sur un gravage car les films métalliques sont susceptibles de démouiller ou de s'évaporer suivant la température.

Dans notre étude, le choix de l'application d'une microgrille d'or en surface a été fait afin de suivre la déformation en surface lors de la mise en forme des éprouvettes U-bend, avant et après chaque étape de déformation. Les éprouvettes U-bend étant destinées à étudier l'amorçage des fissures et à être mises en essai dans un milieu aqueux à une température de 400°C, le choix d'un dépôt de microgrilles en surface semblait être adapté. En effet, le gravage ne peut être retenu car il pourrait être source de défauts et amorcer artificiellement des fissures. L'utilisation d'un mouchetis métallique aurait également pu être réalisé, mais les outils disponibles n'étaient pas adaptés pour ce type de marquage. Le métal choisi pour le dépôt du marquage est l'or en raison de la neutralité de ce métal vis-à-vis des autres alliages et d'un bon contraste sur les images électroniques dû à son numéro atomique élevé.

La technique de dépôt des microgrilles est la technique de lithographie électronique. Le protocole est composé de plusieurs étapes. Dans un premier temps, une résine électrosensible de poly méthacrylate de méthyle (PMMA) de 5g/100cc est déposée sur la surface polie des plaquettes sans déformation (Figure annexe 22 (a.)). La plaquette est fixée sur un arbre mécanique permettant d'effectuer une rotation rapide autour d'un axe vertical. Une goutte de PMMA est déposée à la surface de la plaquette et la rotation de l'arbre dans l'axe est effectuée afin de répartir la goutte de PMMA de manière uniforme. La polymérisation de la résine est faite au four à 140°C pendant 30 minutes

La deuxième étape (Figure annexe 22 (b.)) est consacrée au repérage minutieux des coordonnées de la zone à irradier avant de mettre la plaquette dans le MEB car il n'est pas possible de faire ces repérages dans l'enceinte du MEB sans altérer la résine. Une fois les repérages effectués et l'insertion de la plaquette dans le MEB, l'utilisation du « beam blanking » de l'appareil ainsi qu'une mise au point à très fort grandissement sont préférables afin de dégrader au minimum la résine. Le faisceau est ensuite piloté afin d'irradier la résine dans les zones souhaitées et ainsi réaliser le motif choisi. Dans notre cas, le nombre de microgrilles avec le nombre de barreaux en X et Y est déterminé. La taille de la grille est fonction du grandissement employé au cours de l'opération, et l'épaisseur des barreaux dépend du temps passé par barreau et le courant appliqué pendant la réalisation du barreau (déterminant ainsi le degré d'irradiation de la résine en pC/μm). L'ensemble des microgrilles est réalisé en une seule opération à l'aide du pilotage de la platine du MEB en X et en Y avec un espacement calibré entre les centres des grilles. Les paramètres qui ont été choisis pour la réalisation des microgrilles sur un MEB Philips XL-40 sont une tension de 20 keV, un grandissement de x70 correspondant à une largeur du champ observé de 1828 μm, une distance de travail de 10 mm, une microgrille de 121 barreaux verticaux et 121 horizontaux, un écart de 1520 μm entre le centre de deux microgrilles pour les prélèvements TL et de 1320 μm pour les prélèvements TS. Le temps mis pour tracer un barreau sur toute sa longueur est de 460 ms et le courant absorbé est mesuré égal à 5,3 nA,



Une étape de vérification de la bonne réalisation des microgrilles est effectuée après la lithographie électronique. Afin de révéler les microgrilles, la plaquette est plongée dans une solution composée de  $\frac{1}{4}$  de méthyléthycétone et de  $\frac{3}{4}$  de propanol pendant 1 min 30 avec agitation. Cette opération révèle le masque de la microgrille, c'est-à-dire dissout la zone irradiée du PMMA.

Après cette opération, la troisième étape (Figure annexe 22 (c.)) consiste à réaliser le dépôt d'or qui recouvrira à la fois la résine mais aussi les zones où la résine a été dissoute. Le dépôt d'or est effectué en 2 étapes :

- La première étape permet de déposer une première fine couche d'or par pulvérisation cathodique afin de créer une meilleure accroche des couches supérieures d'or. La pulvérisation cathodique est une technique de dépôt de couche mince qui utilise une différence de potentiel entre la cible (cathode) et l'objet (porte-substrat). Dans notre cas, l'épaisseur de la couche d'or déposée est d'environ 0,7 nm.
- La deuxième étape permet de déposer une couche plus épaisse d'or par évaporation de 12 nm à une pression de  $10^{-5}$  bar.

La quatrième et dernière étape (Figure annexe 22(d.)) a pour but de dissoudre le reste de résine qui créait le masque. La plaquette avec la résine restante est alors placée au bac à ultrasons dans une solution d'éthyle acétate pendant 30 secondes.

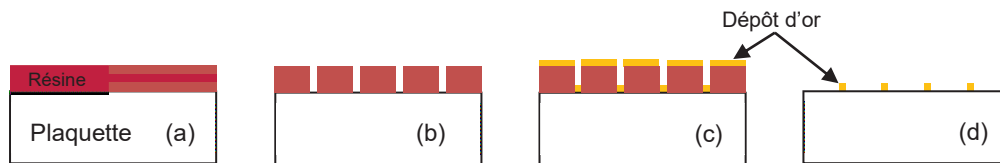


Figure annexe 22 : Schéma des étapes du dépôt des microgrilles d'or, (a) dépôt de la résine, (b) irradiation de la résine au MEB pour faire les microgrilles, (c) dépôt de l'or, (d) puis dissolution de la résine non irradiée

## Annexe 13 : Ajustement des valeurs de déformation locale lors d'une position éloignée de l'apex

Les déformations locales de compression suivant la direction de sollicitation que l'on a pu mesurer sur certaines microgrilles sont issues de la position éloignée des microgrilles par rapport à l'apex. Certaines colonnes des microgrilles ne sont en effet pas dans le plan focal du fait de la géométrie associée aux U-bend, de plus elles sont inclinées par rapport à l'horizontale. Par ailleurs, les images prises au MEB sont une projection de la microgrille dans le plan focal de la mise au point au centre de chaque microgrille possédant deux déformations supplémentaires de nature géométrique dues à l'angle de tilt et à la défocalisation. Des corrections des mesures des positions associées aux intersections de microgrilles doivent alors être appliquées pour obtenir des champs de déplacement et de déformation corrects.

La première étape est donc de mesurer l'angle de tilt à l'aide de la distance entre la colonne de microgrille se situant la plus à l'apex et la colonne de microgrilles éloignée de l'apex. Pour chaque éprouvette U-bend, il a été retenu l'hypothèse qu'une des colonnes de microgrilles est positionnée au niveau de l'apex. Pour les prélèvements TL, possédant 4 rangées de microgrilles, les colonnes concernées par les corrections sont la colonne de gauche pour les éprouvettes U-bend EP990, EP992 et EP899 et la colonne de droite pour les éprouvettes EP991, EP993, EP922, EP921 et EP900.

La formule (a) de la forme suivante a permis de déterminer l'angle  $\theta$  (Figure annexe 23):

$$\theta = \frac{\text{distance entre les microgrilles}}{\text{rayon de courbure}} \quad \text{Équation 20}$$

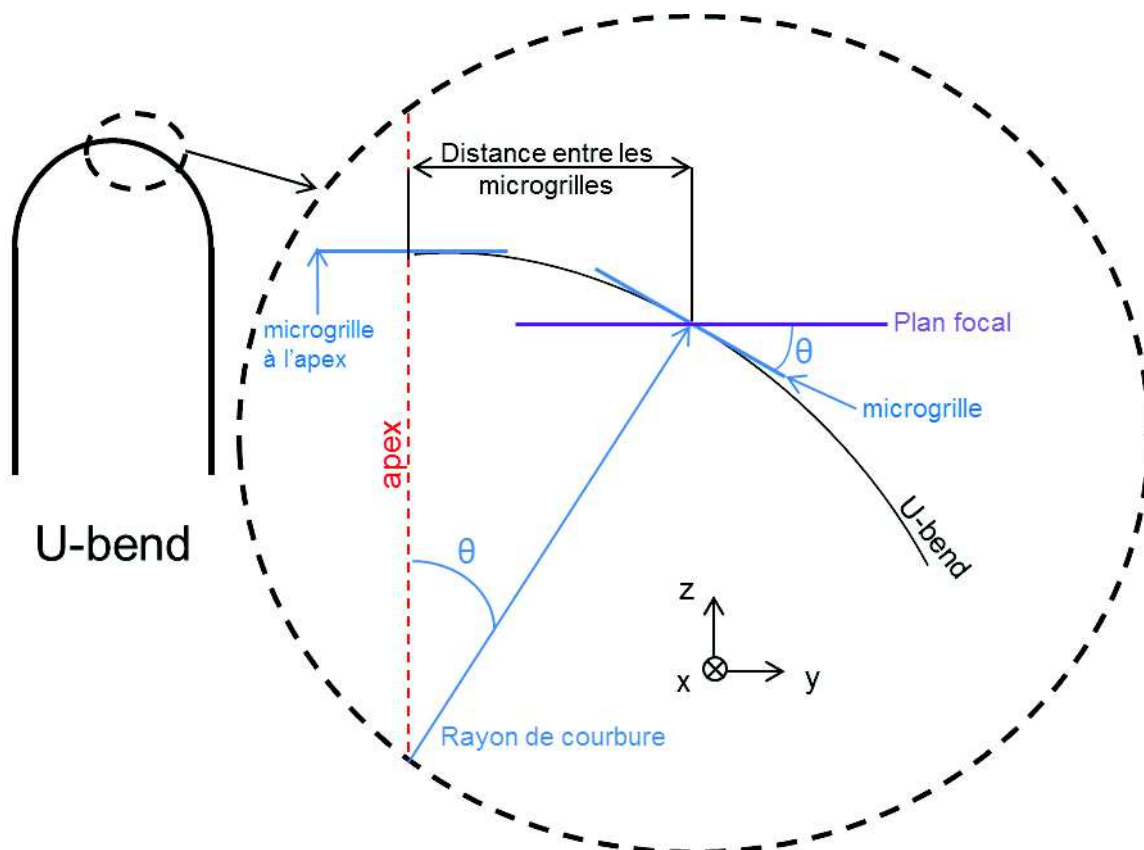


Figure annexe 23 : Schéma du positionnement des colonnes de microgrilles éloignée de l'apex et les références utilisées pour les calculs

Les déformations réelles suivant l'axe de sollicitation, ici Y ( $\varepsilon_{yy}$ ), et les déformations suivant l'axe perpendiculaire à la direction de sollicitation dans le plan de la surface étudiée, ici X ( $\varepsilon_{xx}$ ) ont alors pu être approximées à partir de formules simples de trigonométrie, du théorème de Thalès et des déformations mesurées.

Dans un premier temps, l'angle de tilt permet de déterminer la distance  $L_1$  correspondant à  $L_0(\varepsilon_{yy}^{vrai} + 1)$  à partir de la projection de cette distance sur le plan focal ( $L_2$ ) d'après la Figure annexe 24 :

$$L_2 = L_1 \cos \theta \quad \text{Équation 21}$$

Et  $L_0$  correspondant à la longueur de la base de mesure initiale,  $L_1$  la longueur après déformation et  $L_2$  la longueur mesurée :

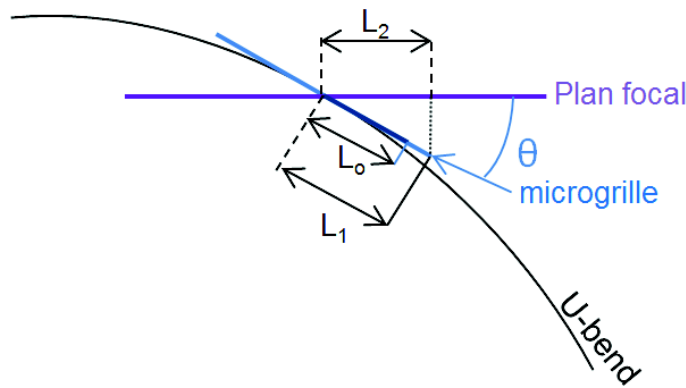


Figure annexe 24 : Schéma d'évaluation de la projection de la microgrille du plan focal par rapport à l'angle  $\theta$

Afin de prendre en compte l'erreur sur la déformation due à la défocalisation, le théorème de Thalès a été utilisé pour évaluer dans un deuxième temps celle-ci par rapport au positionnement en Y du plan de focalisation. Pour cela, la distance entre le plan et la distance de focalisation comprend la distance de travail (WD) et la distance  $\lambda$  qui est la distance entre la position des bobines de balayage et la sortie du canon :  $WD + \lambda = 20,29$  mm (Figure annexe 25). Pour le calculer, trois images ont été prises : une pour  $z = WD$ , une pour  $z = WD + 0,1$  et une pour  $z = WD - 0,1$ . La mesure de la déformation induite par cette variation de Z permet de remonter à  $WD + \lambda$

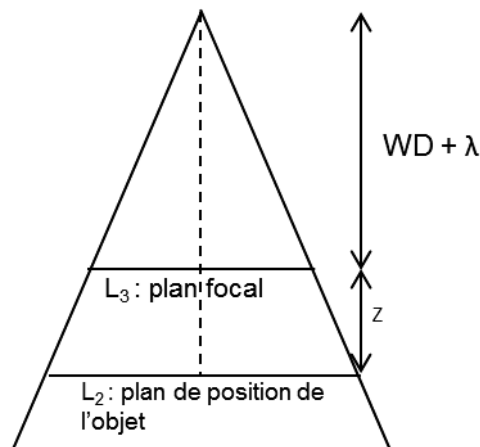


Figure annexe 25 : Modèle de projection

D'après la déformation associée à la distance projetée et le théorème de Thalès, la formule suivante peut être établie :

$$\frac{L_3 - L_2}{L_3} = -\frac{z}{20,29} \quad \text{Équation 22}$$

Avec l'hypothèse ici que l'on néglige la courbure et que l'on considère que la largeur de la microgrille est une surface plane :

$$z = Y \tan \theta \quad \text{Équation 23}$$

Sachant que Y correspond à l'ordonnée du point à calculer par rapport au centre de la microgrille qui correspond à la mise au point.

Soit :

$$L_3 = \left( \frac{-Y \tan \theta}{20,29} + 1 \right) (\varepsilon_{yy}^{vrai} + 1) L_0 \cos \theta \quad \text{Équation 24}$$

$L_3$  étant la longueur associée à la déformation mesurée en associant la défocalisation et l'angle de tilt. La relation entre la déformation mesurée et la déformation vraie s'écrit :

$$\varepsilon_{yy}^{mesuré} = \frac{L_3 - L_0}{L_0} = \left( \frac{-Y \tan \theta}{20,29} + 1 \right) (\varepsilon_{yy}^{vrai} + 1) \cos \theta + 1 \quad \text{Équation 25}$$

Ce qui permet de déterminer la déformation vrai suivant l'axe de sollicitation Y qui tient compte à la fois de l'angle de tilt et de la défocalisation et de la déformation mesurée sur l'image :

$$\varepsilon_{yy}^{vrai} = \left( \frac{(\varepsilon_{yy}^{mesuré} + 1) * 20,29}{\cos \theta (-Y \tan \theta + 20,29)} \right) - 1 \quad \text{Équation 26}$$

En ce qui concerne la déformation mesurée suivant l'axe x ( $\varepsilon_{xx}^{vrai}$ ), la correction qu'il faut appliquée tient compte de la défocalisation et pas de l'angle de tilt car cette composante n'est pas affectée par l'inclinaison de l'échantillon  $L_1 = L_2$ . L'équation finale pour  $\varepsilon_{xx}^{vrai}$  s'écrit alors :

$$\varepsilon_{xx}^{vrai} = \left( \frac{(\varepsilon_{xx}^{mesuré} + 1) * 20,29}{(-Y \tan \theta + 20,29)} \right) - 1 \quad \text{Équation 27}$$

Les déformations vraies suivant les axes X et Y peuvent alors être ajustées à partir des déformations mesurées.



## Annexe 14 : Champs de déformation des éprouvettes

La dimension des microgrilles avant déformation est de  $1320 \times 1320 \mu\text{m}^2$ . Il est à noter que les images HR après la mise en forme des prélèvements TL ont été prises après 1500 h d'essai pour les corrélations d'images numériques. Les champs de déplacement mesurés par la corrélation d'images numériques peuvent être modifiés par l'ajout de l'ouverture du joint dans les cas de ceux fissurés. Les corrélations d'images des éprouvettes TS ne sont pas concernées par ce problème car les images HR après mise en forme ont été prises avant la mise en essai en autoclave. Toutefois, l'analyse des champs de déformation entre les différentes étapes semblent indiquer que l'erreur induite par l'évolution entre 0 h d'essai et 1500 h d'essai est de l'ordre de 1,5% donc négligeable car de l'ordre de grandeur du bruit.

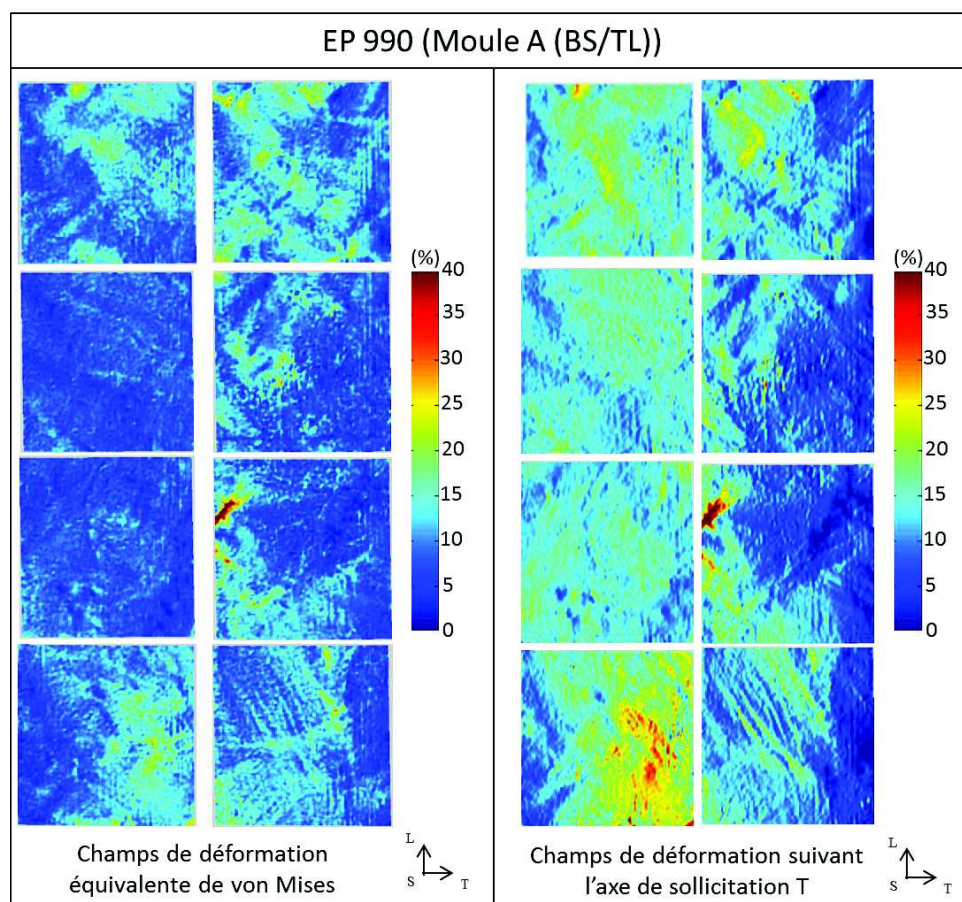


Figure annexe 26 : Champs de déformation suivant les contraintes équivalentes de von Mises et suivant la direction de sollicitation T de l'éprouvette EP990 issue du moule A prélevée dans le plan TL

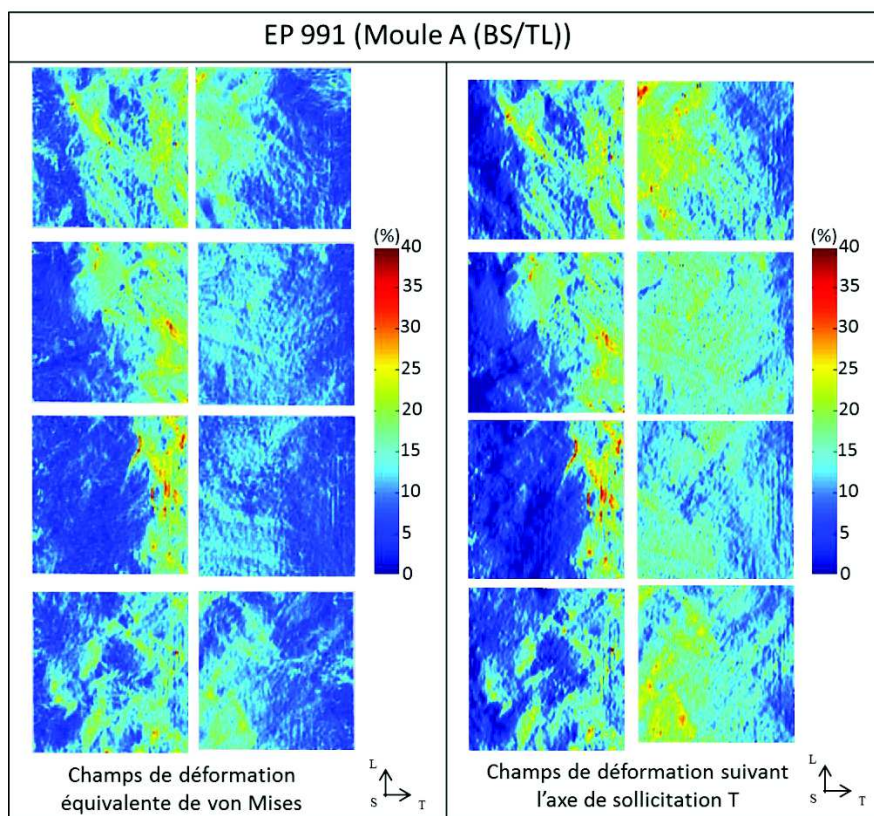


Figure annexe 27 : Champs de déformation suivant les contraintes équivalentes de von Mises et suivant la direction de sollicitation T de l'éprouvette EP991 issue du moule A prélevée dans le plan TL

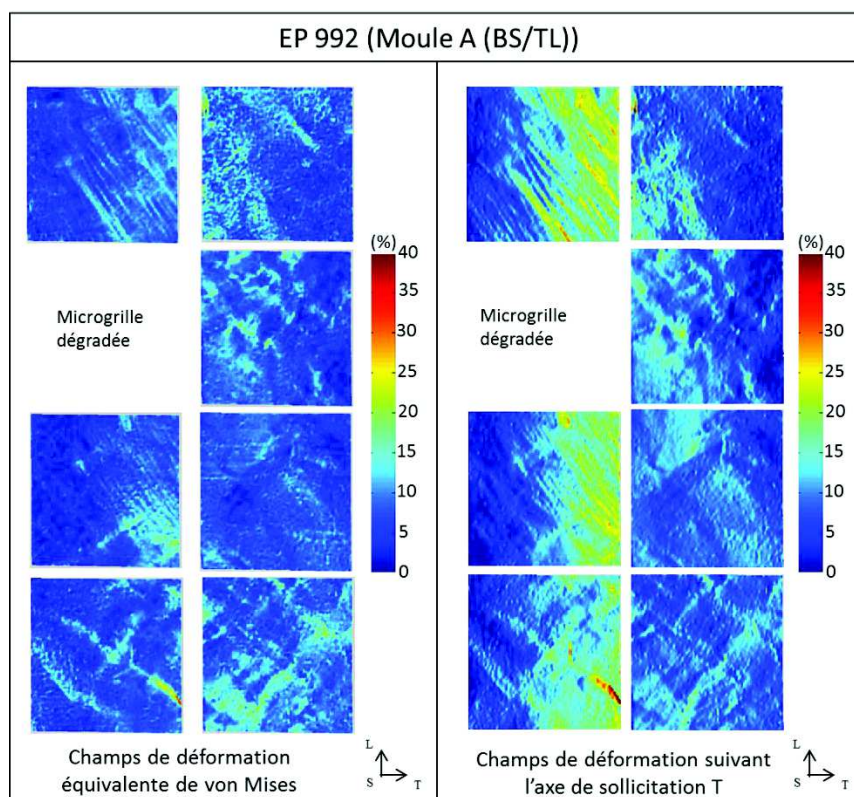


Figure annexe 28 : Champs de déformation suivant les contraintes équivalentes de von Mises et suivant la direction de sollicitation T de l'éprouvette EP992 issue du moule A prélevée dans le plan TL



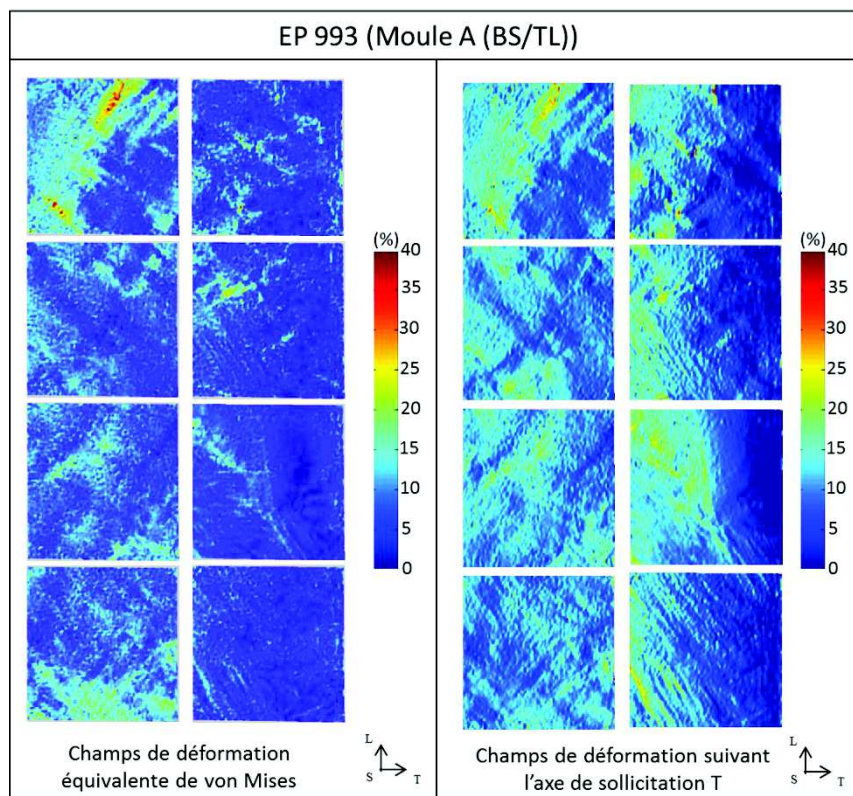


Figure annexe 29 : Champs de déformation suivant les contraintes équivalentes de von Mises et suivant la direction de sollicitation T de l'éprouvette EP993 issue du moule A prélevée dans le plan TL

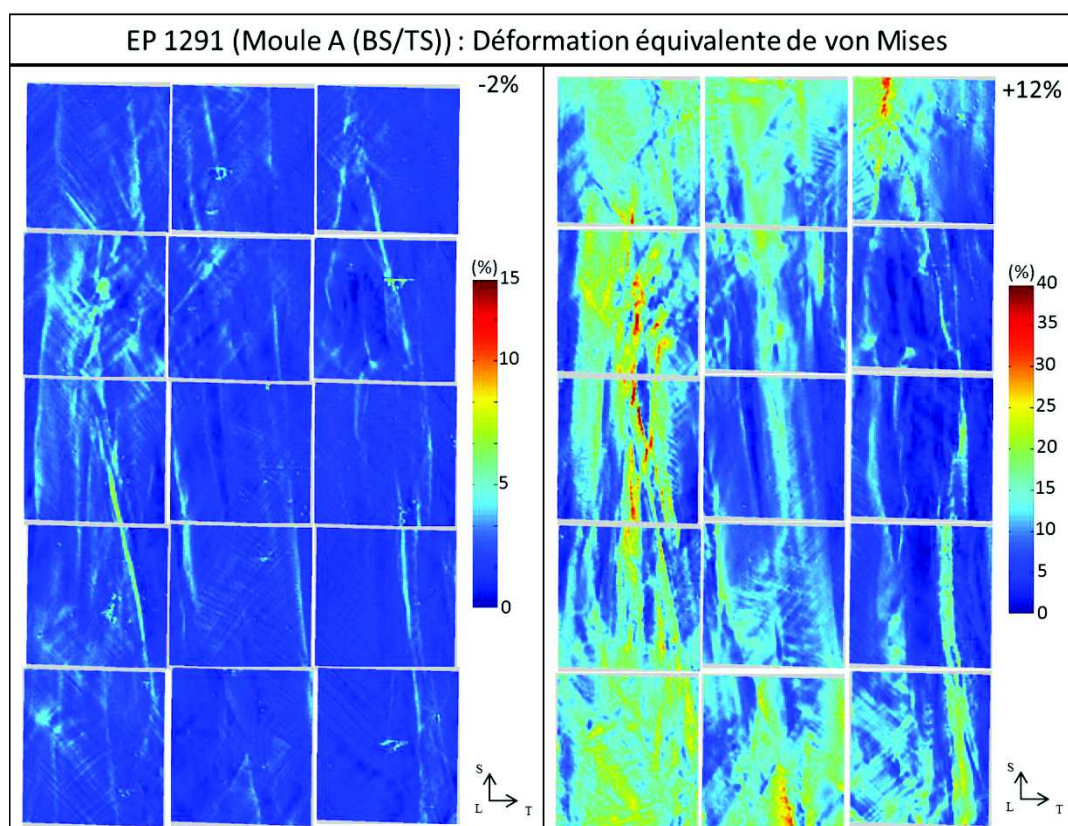


Figure annexe 30 : Champs de déformation suivant les contraintes équivalentes de von Mises de l'éprouvette EP1291 issue du moule A prélevée dans le plan TS



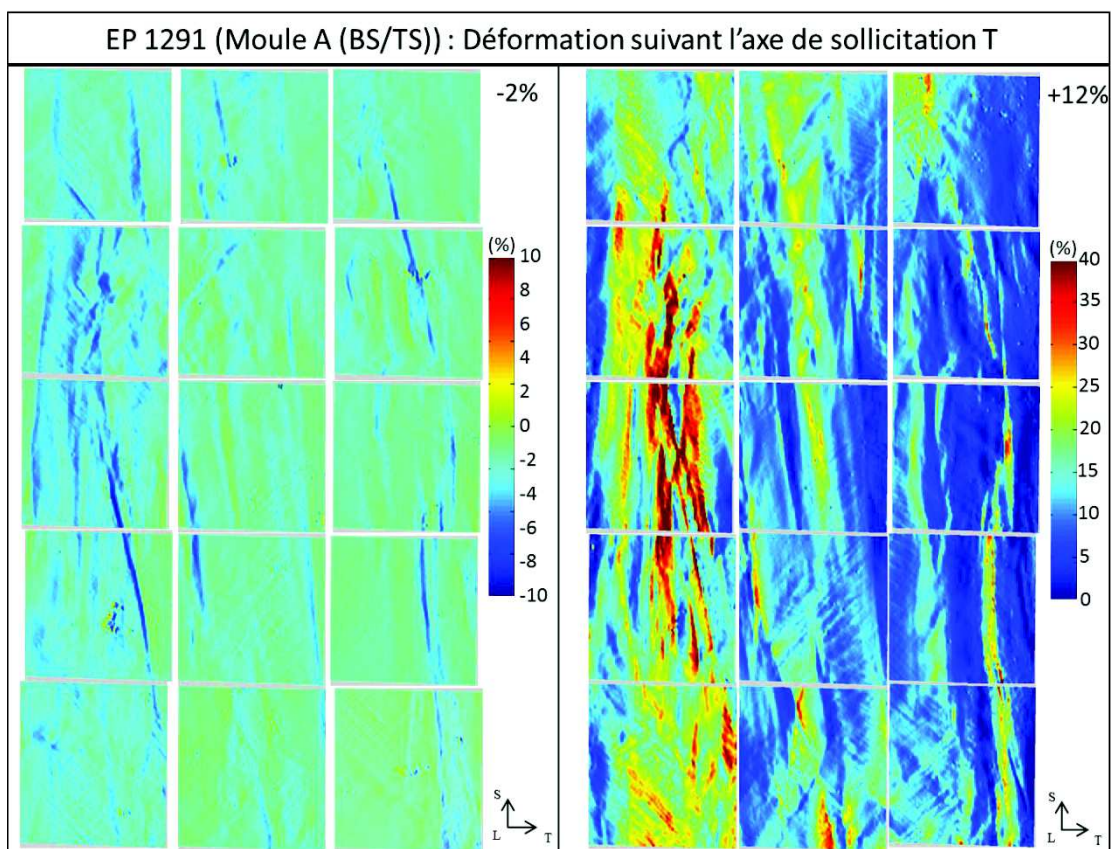


Figure annexe 31 : Champs de déformation suivant la direction de sollicitation T de l'éprouvette EP1291 issue du moule A prélevée dans le plan TS

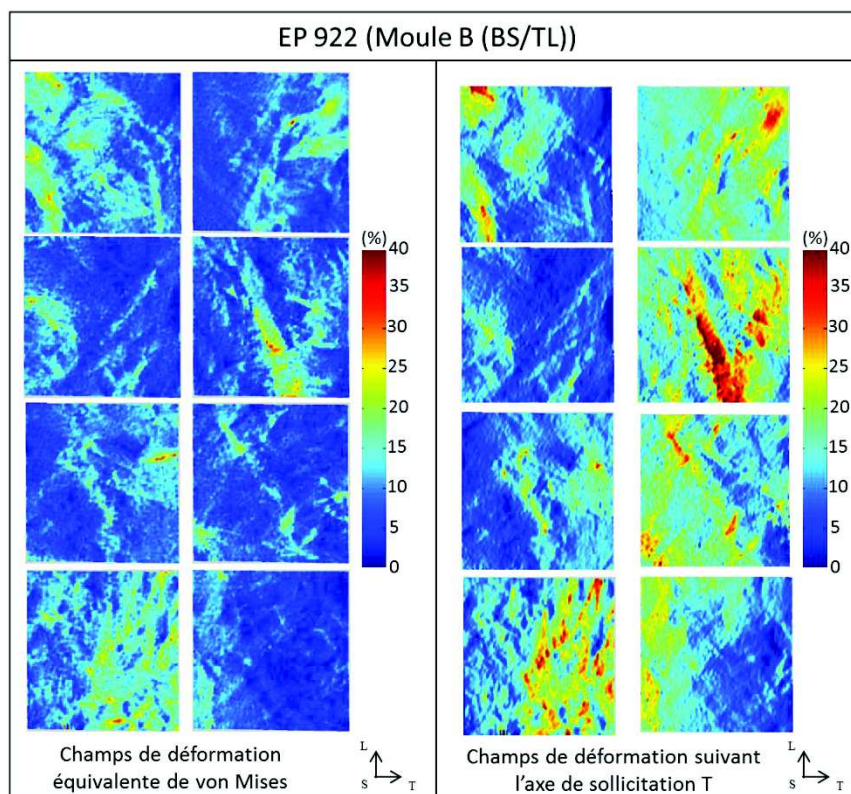
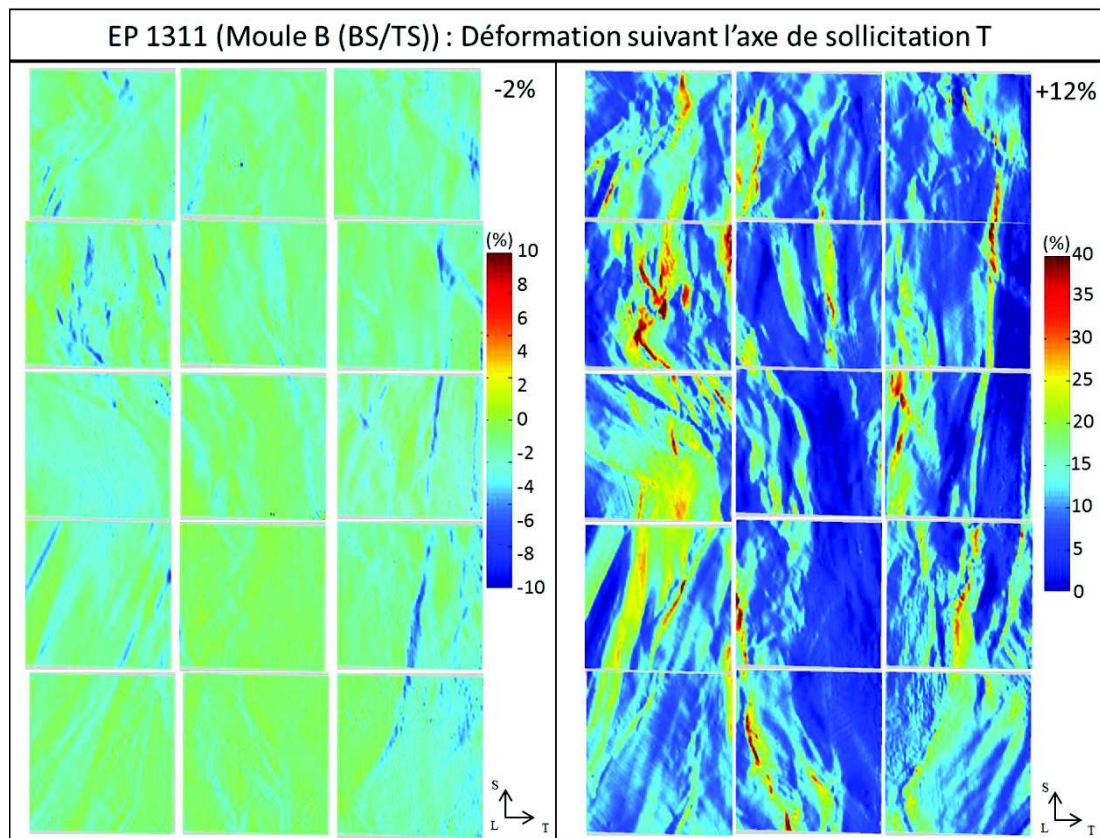
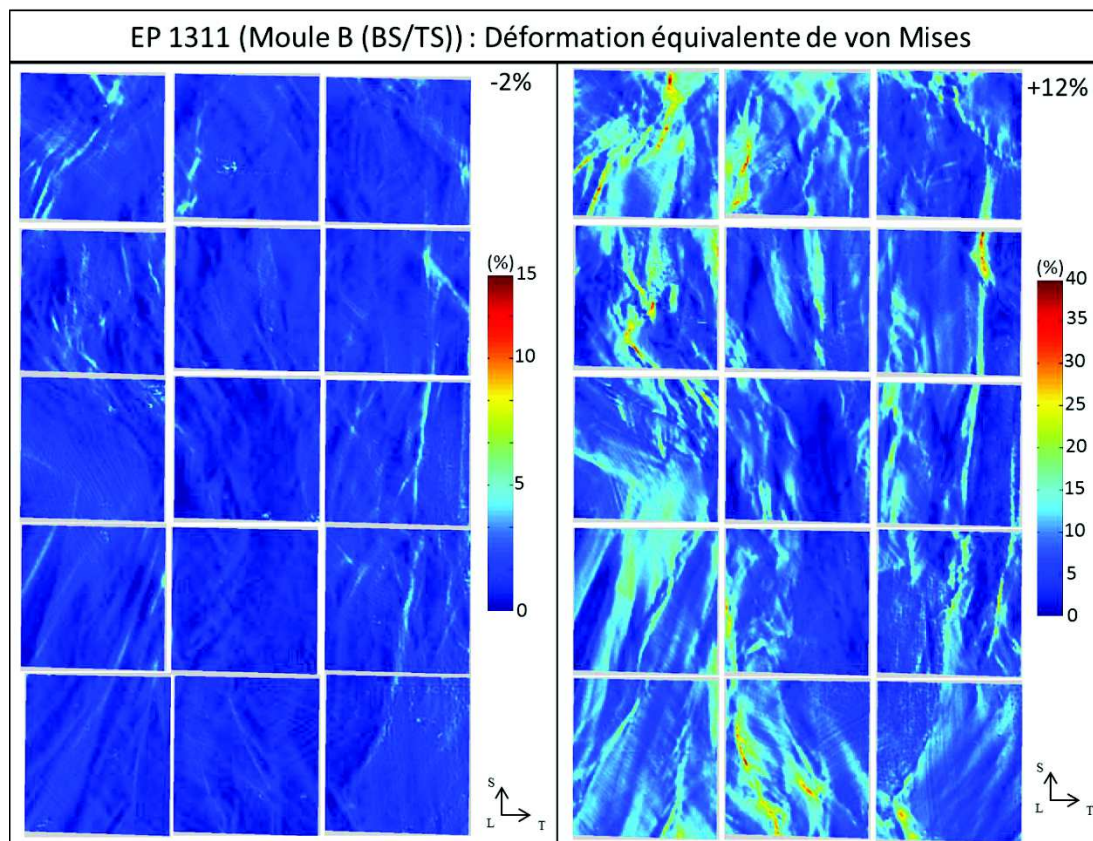


Figure annexe 32 : Champs de déformation suivant les contraintes équivalentes de von Mises et suivant la direction de sollicitation T de l'éprouvette EP922 issue du moule B prélevée dans le plan TL







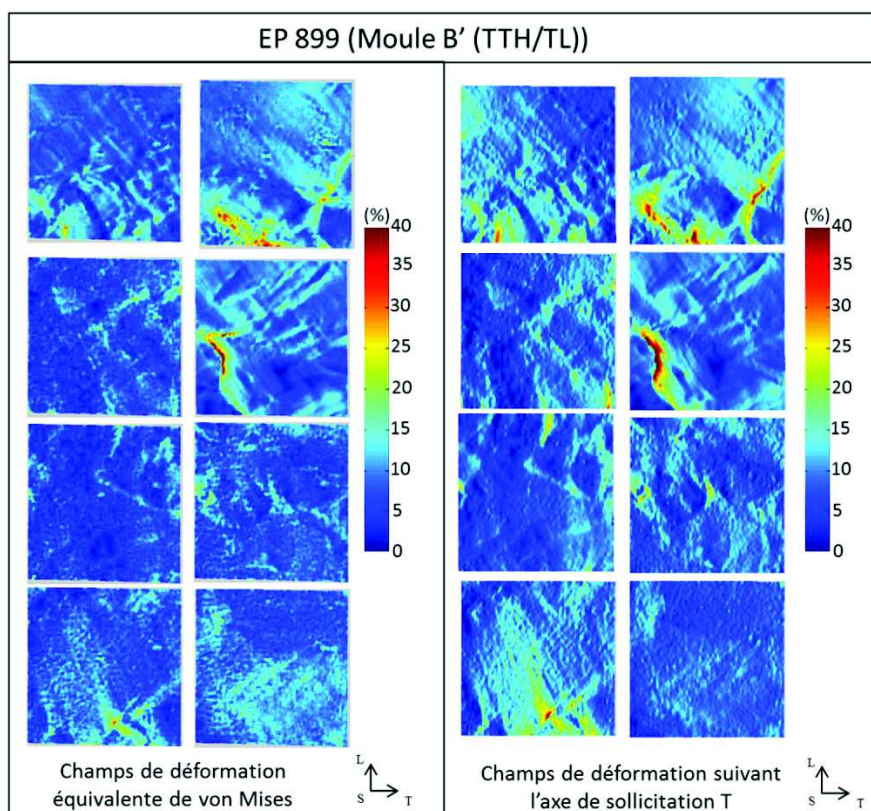


Figure annexe 35 : Champs de déformation suivant les contraintes équivalentes de von Mises et suivant la direction de sollicitation T de l'éprouvette EP899 issue du moule B' prélevée dans le plan TL

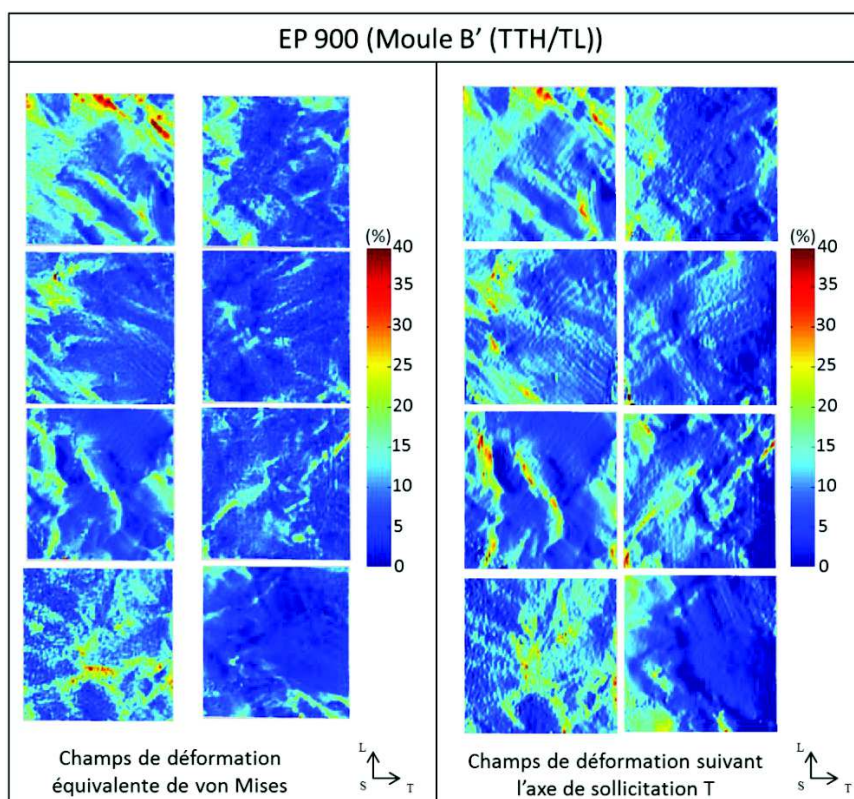


Figure annexe 36 : Champs de déformation suivant les contraintes équivalentes de von Mises et suivant la direction de sollicitation T de l'éprouvette EP900 issue du moule B' prélevée dans le plan TL



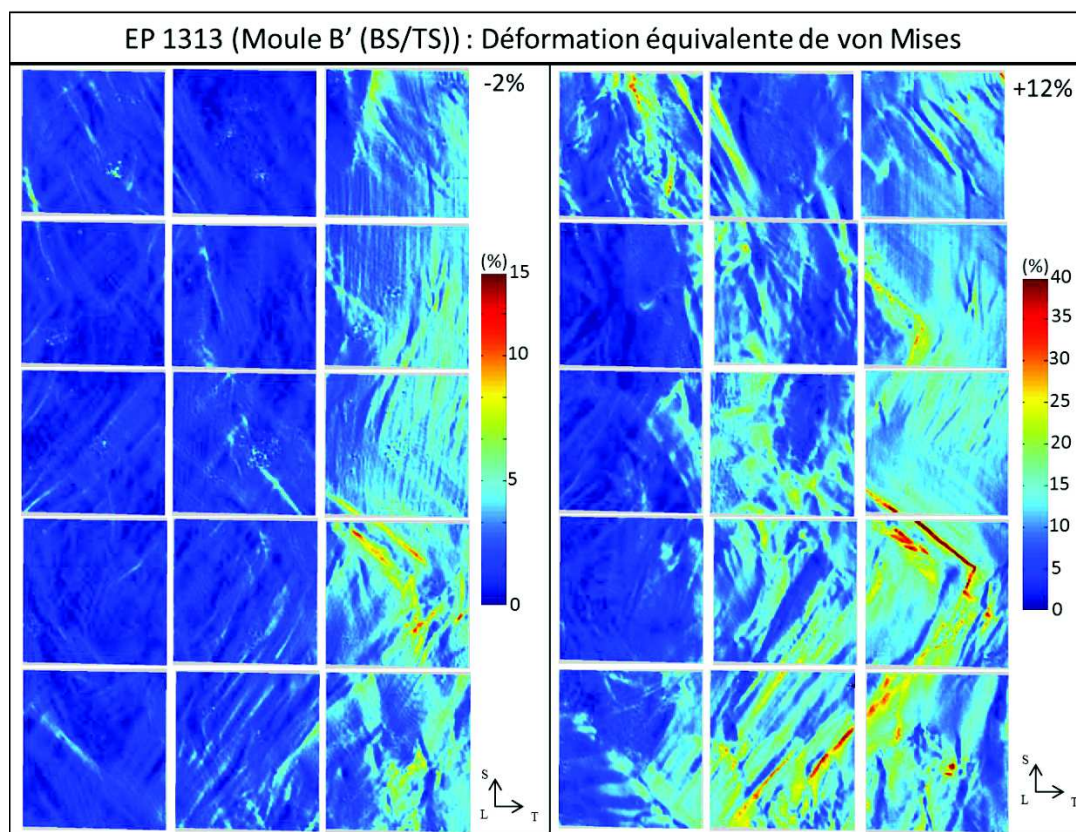


Figure annexe 37 : Champs de déformation suivant les contraintes équivalentes de von Mises de l'éprouvette EP1313 issue du moule B' prélevée dans le plan TS

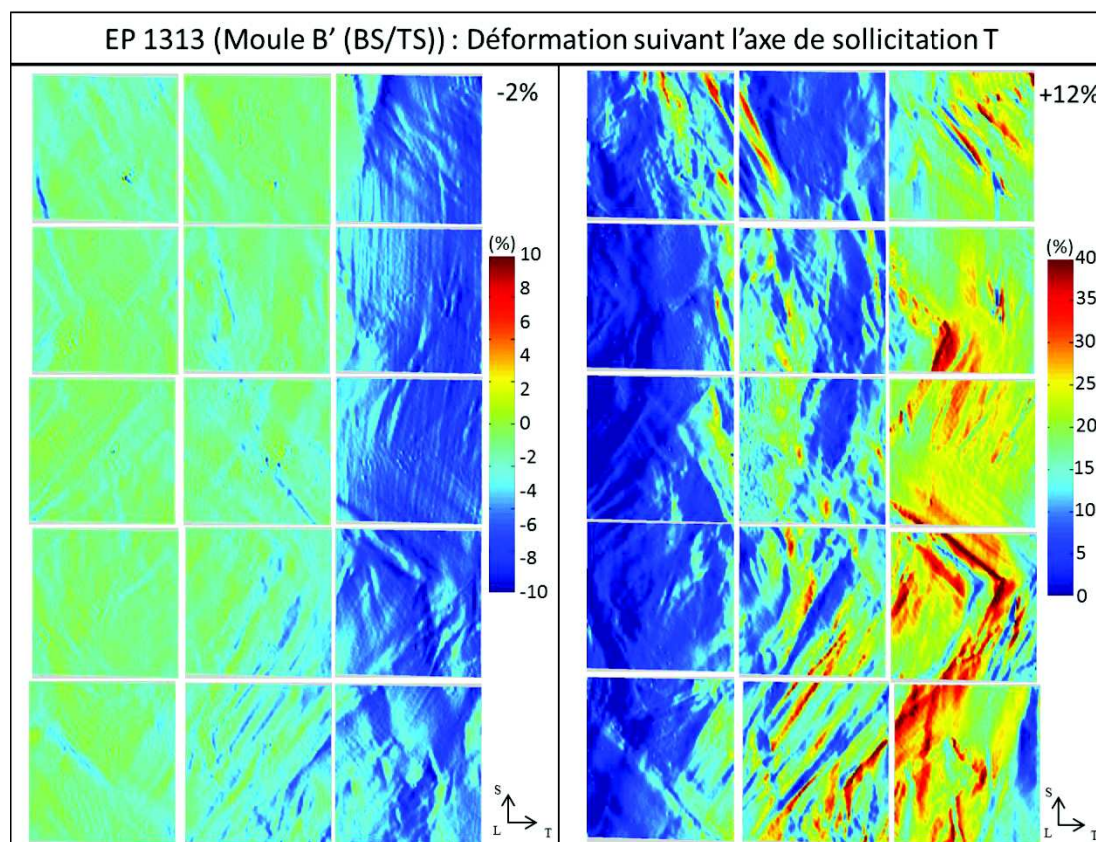


Figure annexe 38 : Champs de déformation suivant la direction de sollicitation de l'éprouvette EP1313 issue du moule B' prélevée dans le plan TS



## Annexe 15 : Corrélation entre champs de déformation (corrigés), localisations des fissures et microstructure

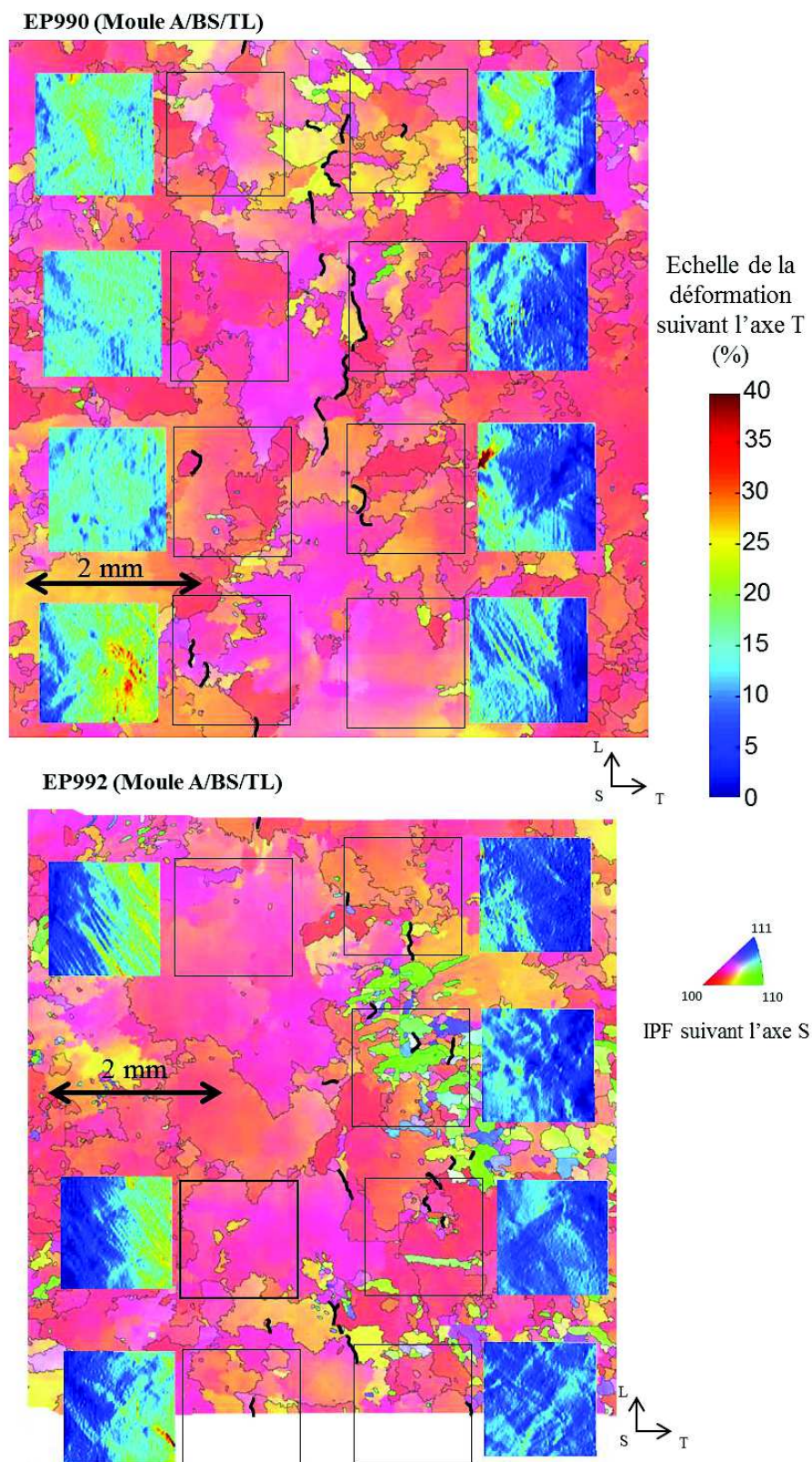


Figure annexe 39 : Corrélation de la localisation des fissures avec la microstructure et les champs de déformation des éprouvettes EP990 et EP992 du moule A prélevées dans le plan TL



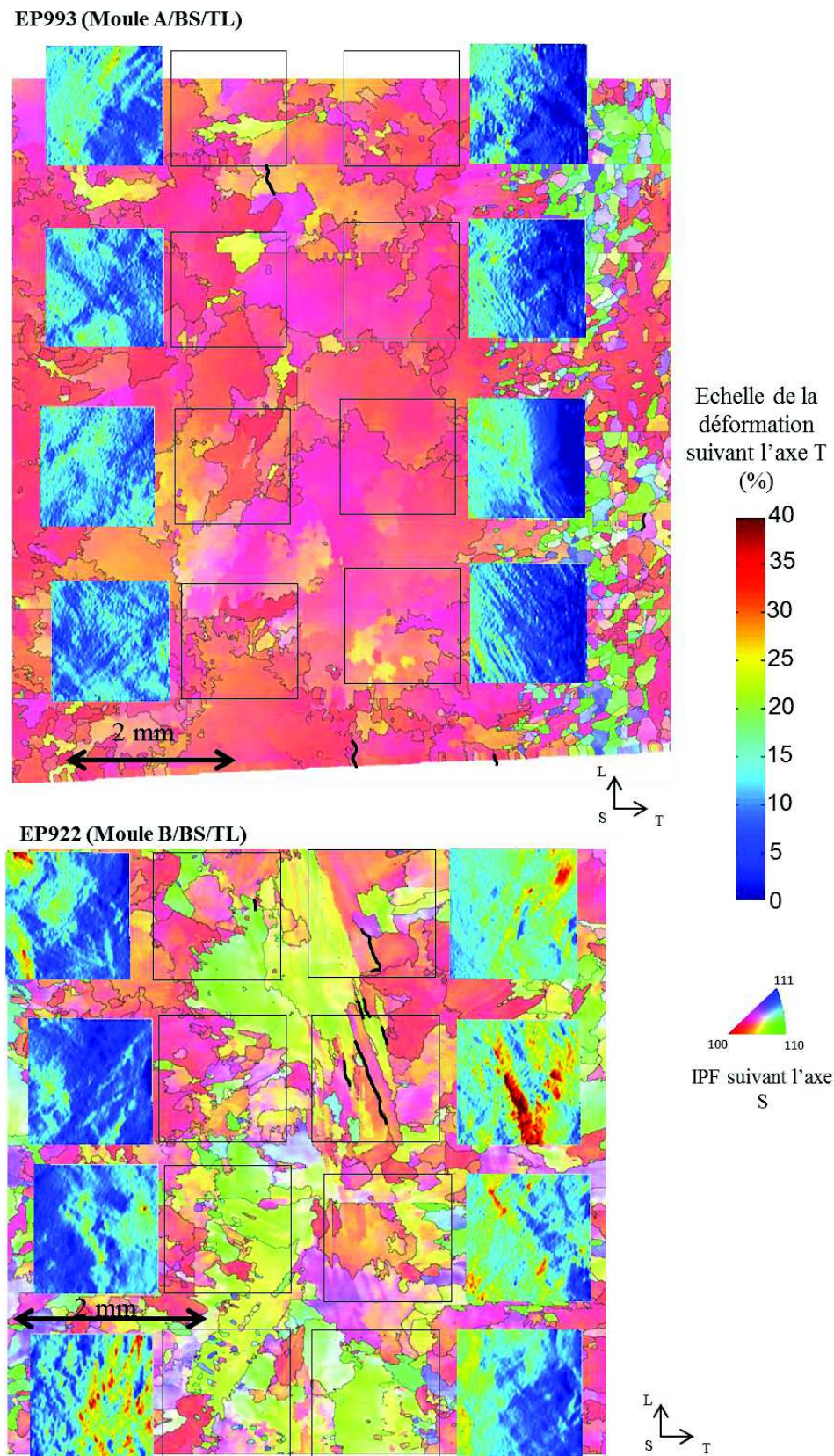


Figure annexe 40 : Corrélation de la localisation des fissures avec la microstructure et les champs de déformation des éprouvettes U-bend EP993 du moule A prélevées dans le plan TL et EP922 du moule B prélevées dans le plan TL

## Annexe 16 : Comparaison entre champs de déformation dans la direction T obtenus numériquement, avec les conditions aux limites expérimentales, et champs mesurés expérimentalement

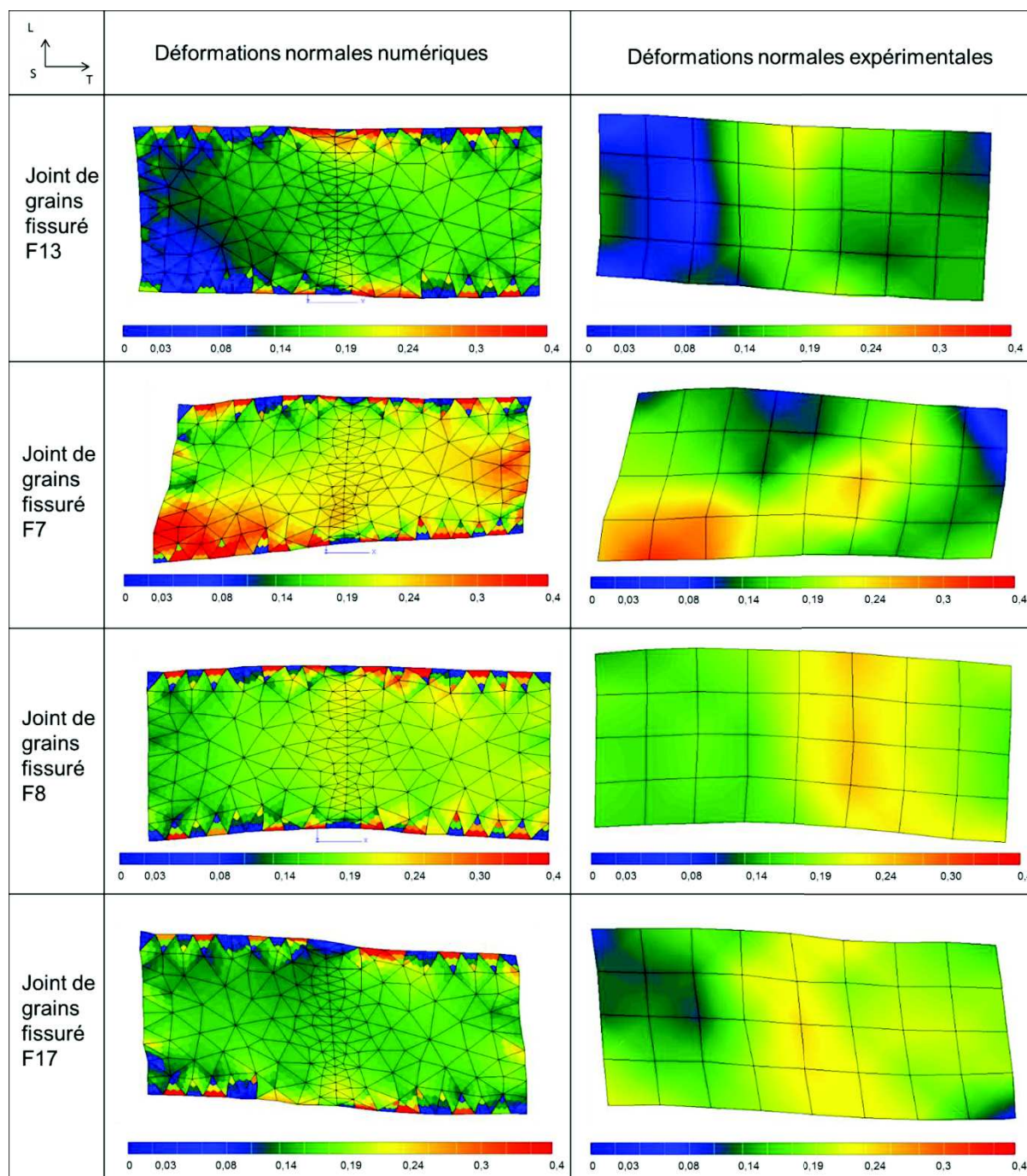


Figure annexe 41 : Comparaison des champs de déformation dans la direction T obtenus numériquement, avec les conditions aux limites expérimentales, et champs mesurés expérimentalement des joints de grains fissurés d'après les observations de surfaces MEB : F13, F7, F8, F17



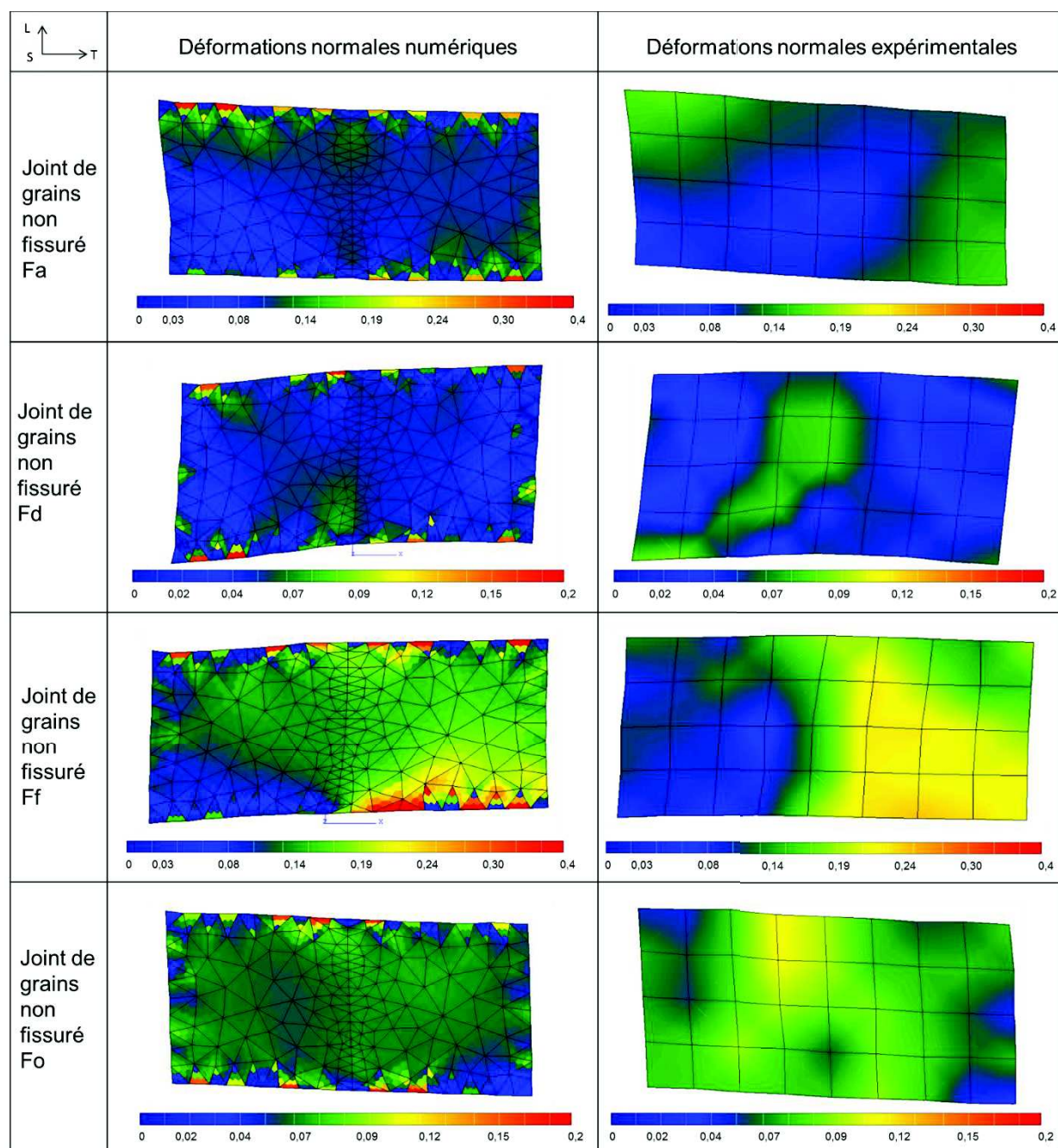


Figure annexe 42 : Comparaison des champs de déformation dans la direction  $T$  obtenus numériquement, avec les conditions aux limites expérimentales, et champs mesurés expérimentalement des joints de grains non fissurés d'après les observations de surfaces MEB : Fa, Fd, Ff, Fo

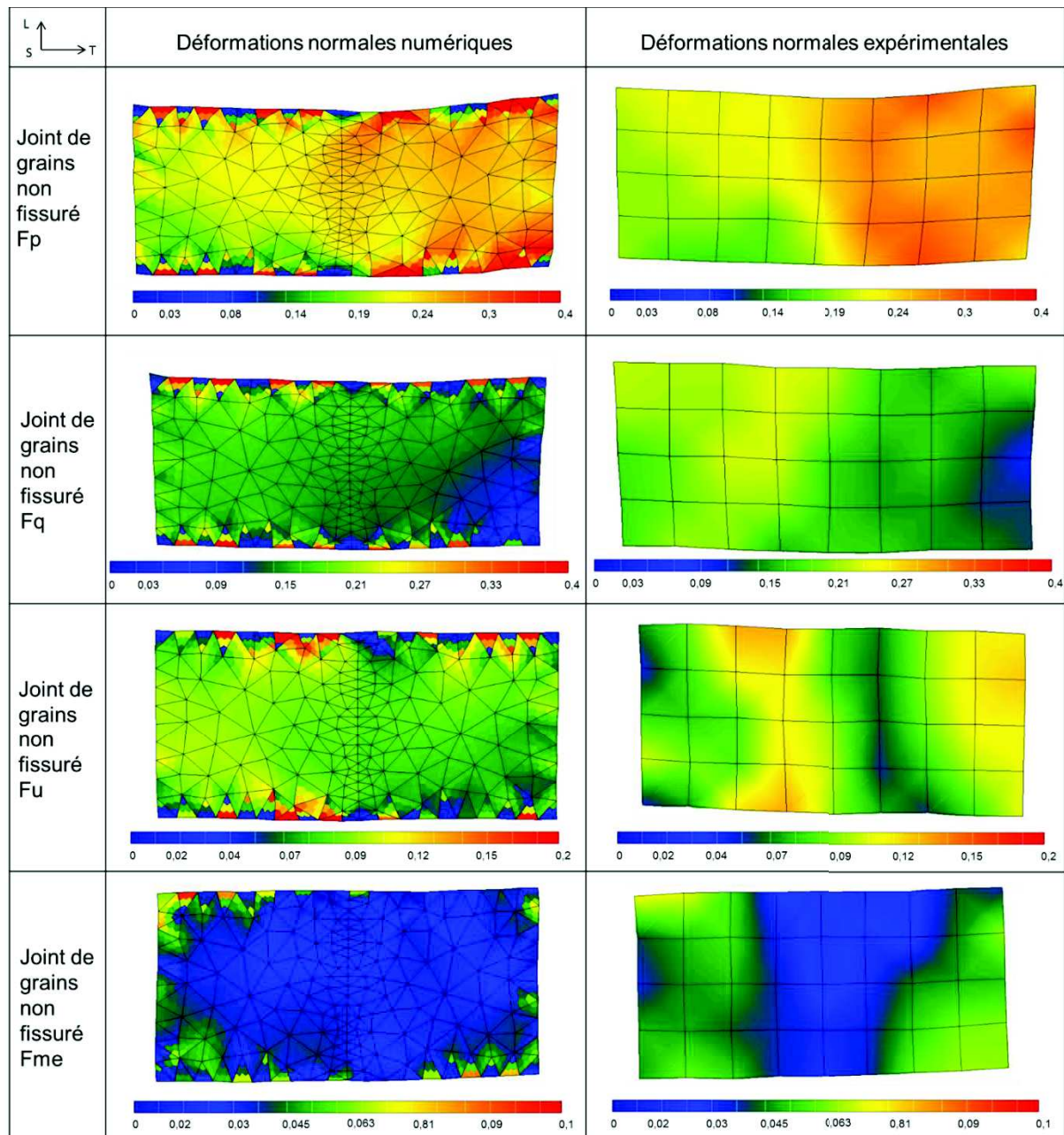


Figure annexe 43 : Comparaison des champs de déformation dans la direction  $T$  obtenus numériquement, avec les conditions aux limites expérimentales, et champs mesurés expérimentalement des joints de grains non fissurés d'après les observations de surfaces MEB : Fp, Fq, Fu, Fme



## Annexe 17 : Champs des contraintes normales au joint de grains normalisées par la contrainte

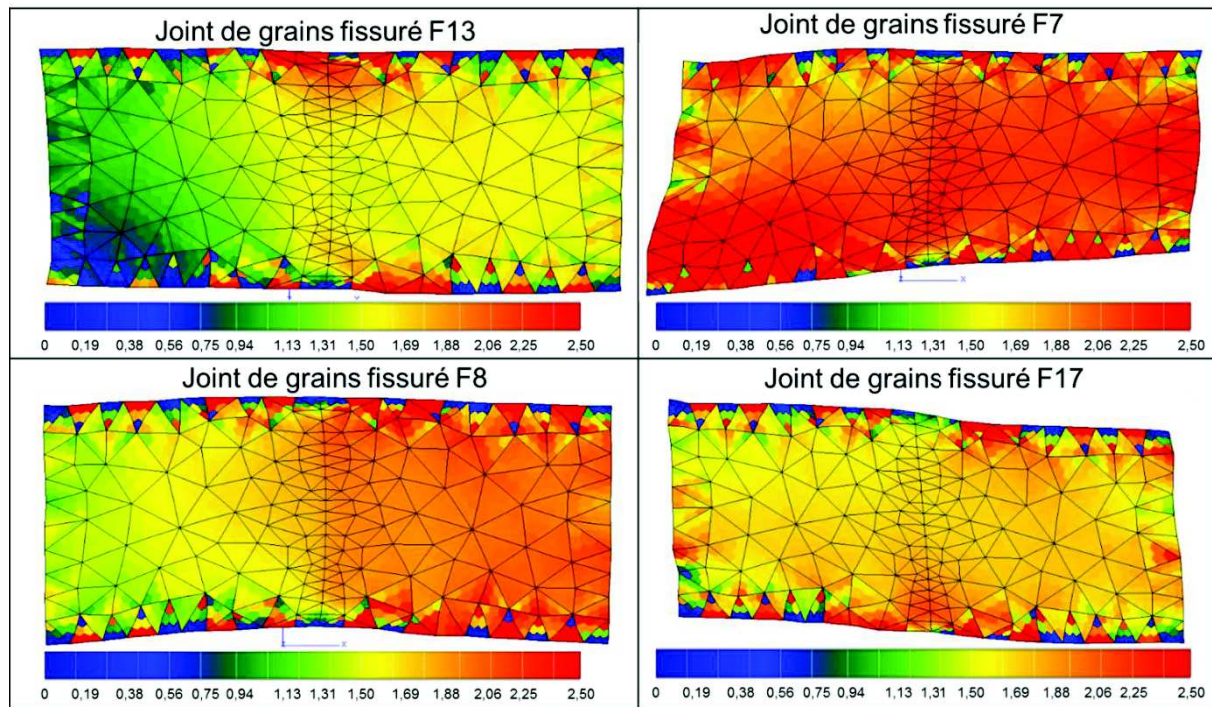


Figure annexe 44 : Contraintes normales au joint de grains (solicitation suivant la direction T) des cas des joints de grains fissurés d'après les observations de surfaces MEB : F13, F7, F8, F17, avec l'application des déplacements expérimentaux réels sur le contour

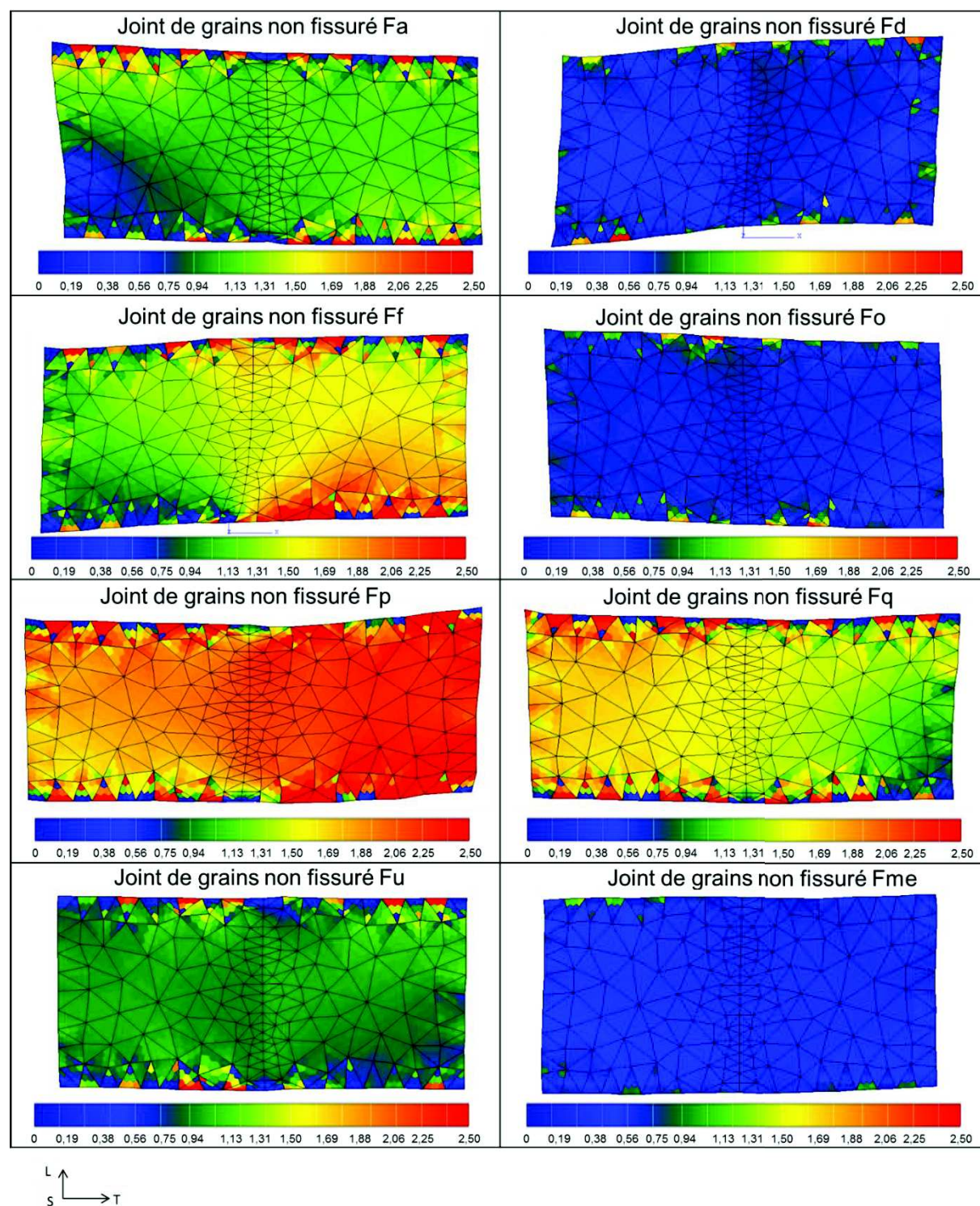


Figure annexe 45 : Contraintes normales au joint de grains (sollicitation suivant la direction T) des cas des joints de grains non fissurés d'après les observations de surfaces MEB : Fa, Fd, Ff, Fo, Fp, Fq, Fu, Fme, avec l'application des déplacements expérimentaux réels sur le contour







## Résumé

La Corrosion Sous Contrainte (CSC) est un des principaux modes de dégradation des composants assemblés par soudage des Réacteurs à Eau Pressurisée (REP). Même si le retour d'expérience sur les soudures en alliage à base de nickel n'a présenté que trois cas de fissuration par CSC mettant en cause l'Alliage 82 sur les 300 cas de fissures recensés pour le circuit primaire, l'objectif de cette étude est d'améliorer la compréhension des mécanismes d'amorçage de fissures à l'aide d'une corrélation entre les paramètres microstructuraux et mécaniques. Les caractérisations réalisées pour identifier ces paramètres sont constituées d'une part, d'analyses microstructurales basées sur la composition chimique et l'analyse EBSD (Electron Back-Scattered Diffraction) afin de caractériser la morphologie et les orientations cristallographiques des grains et, d'autre part, de mesures en surface de champs de déformation et de calculs numériques par éléments finis du champ de contrainte autour des joints de grains. La corrélation de ces informations avec la caractérisation des sites d'amorçage de fissures de CSC obtenues sur éprouvettes U-bend plongées en milieu vapeur d'eau hydrogénée à 400°C, 188 bar jusqu'à 3500h, a confirmé la sensibilité de l'Alliage 82 avec une fissuration intergranulaire des joints de grains de type mode I avec un critère qui peut être établi en contrainte et gradient de déformation. Les autres paramètres associés à la sensibilité et classés par ordre d'importance sont ainsi : la nature des joints de grains (généraux ou spéciaux), suivi du chargement mécanique appliqué aux joints de grains (contrainte et gradient de déformation) puis de la chimie au niveau des joints de grains (précipitation, impuretés). Cette méthodologie, applicable à d'autres matériaux, a permis de mieux comprendre l'ordonnement entre les paramètres qui gouvernent la sensibilité du joint de grains à la CSC.

## Mots Clés

Alliage 82, amorçage, corrosion sous contrainte, microstructure, Electron Back-Scattered Diffraction, propriétés mécaniques, corrélation d'images numériques, calculs par éléments finis

## Abstract

In Pressurized Water Reactors (PWR), Stress Corrosion Cracking (SCC) is the main degradation mode of components pieced together by welding. Nickel based alloys are, among others, used in dissimilar metal welding (DMW). International report showed only 3 out of 300 cracking cases in Alloy 82 in primary water circuit. The aim of this study is to identify which microstructural and local parameters at a local scale induce SCC cracks initiation. Characterizations performed on specimen surface are composed of chemical composition analysis and EBSD analysis (Electron Back-Scattered Diffraction). Microstructural features that are studied are the morphology and the crystallography of grains. Experimental strain fields are measured by Digital Imaging Correlation (DIC) of gold microgrids deposited by electronic lithography on U-bend specimen surface. Stress fields are calculated along grains boundaries by finite element analysis. The correlation between those characterizations and localization of SCC initiation sites, obtained on U-bend specimens tested in autoclave in hydrogen steam water at 400°C and 188 bar for 3500 hours, confirmed the susceptibility of the Alloy 82 to SCC conditions with intergranular SCC cracks. The susceptibility of the grain boundary increases with the perpendicularity of the loading direction (mode I). The second point concerns the grain boundary type: High Angle Grain Boundary are more susceptible to SCC. Others criteria are the chemical composition (precipitation, impurities) of the grain boundaries and the mechanical parameters (stress and strain gradient). This methodology can be applied to other materials and helped to define which microstructural and mechanical parameters can be included in a SCC initiation criterion.

## Keywords

Alloy 82 weld metal, crack initiations, Stress Corrosion Cracking, microstructure, Electron Back-Scattered Diffraction, mechanical field, Digital Image Correlation, finite element